ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

Н. Н. БУЙНОВ и Л. И. ПОДРЕЗОВ

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ И ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТАРЕНИЯ СПЛАВА Al-Zn

Рентгеновским методом грубозернистых образцов [1] и электронномикроскопическим методом оксидных отпечатков [2] исследовалось старение сплава алюминия с 25% цинка. Целью исследования было уточнение механизма распада в сплаве.

Исследовались состояния сплава после естественного и искусственного (при 100, 130 и 200°) старения. Исследовалось также состояние сплава, полученное в результате искусственного (при 200°) и последующего естественного старения. Некоторые результаты этого исследования излагаются в настоящем докладе.

После естественного старения на электронномикроскопических снимках с трудом наблюдаются мало контрастные светлые пятнышки, размер которых трудно определить. После искусственного старения при 130° в течение 6 час эти пятнышки, имеющие круглую форму, хорошо наблюдаются на снимке (рис. 1, см. вклейку *I*). После старения при 200° в течение 1÷10 час пятнышки приобретают форму штрихов. Средний диаметр круглых пятнышек и толщина штрихов в значительном интервале старения постоянны и равны ~ 140 Å (рис. 2).

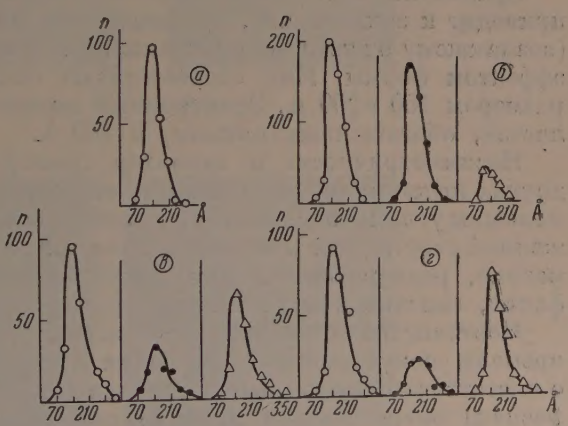


Рис. 2. Кривые распределения зон и числа частиц (n) цинка по размерам (по толщине) для старения сплава Al-Zn: *а* — при 130° 6 час, *б* — при 200° 1 час, *в* — при 200° 5 час, *г* — при 200° 10 час. На снимках *б*, *в* и *г* первая кривая дает распределение по толщине для всех зон, вторая — только для равноосных, третья — для зон пластинчатой формы

На рентгенограммах сплава после естественного старения наблюдаются диффузные пятнышки (рис. 3,*а*, см. ту же вклейку). Диффузное пятно, которому соответствует область аномального рассеяния, совпадающая с узлом обратной решетки твердого раствора, имеет овальную форму. Диффузное пятно, наблюдаемое под меньшим углом, также имеет овальную форму, а пятно, наблюдаемое под бо́льшим углом,— форму полумесяца. После искусственного старения при 200° (1—5 час) на рентгенограммах вместо пятна под меньшим углом наблюдаются двухмерные эффекты, а вместо пятна под большим углом — линейные эффекты (рис. 3,*б*). Диффузное пятно, ближайшее к соответствующему лауэ-пятну, остается неизменным. После старения при 200° в течение 10 час аномальные эффекты, связанные

с узлами обратной решетки твердого раствора, исчезают. На рентгенограммах появляются размытые пятна цинка.

Во время исследования было обнаружено, что сплав Al-Zn после искусственного старения при 200° старится при комнатной температуре. После дополнительного естественного старения образцов, состаренных при 200° в течение 1—5 час, на рентгенограммах наблюдаются, кроме аномальных эффектов, пятна цинка (рис. 3, *в* и *г*). Дополнительное естественное старение сопровождается повышением твердости сплава примерно в 3 раза, но это повышение происходит главным образом за первые 5—6 час, тогда как пятна цинка появляются только после 3—4 недель старения. В момент появления в сплаве частиц цинка его твердость не понижается. После дополнительного естественного старения изменений в электронномикроскопической структуре сплава не наблюдалось.

Обсуждение результатов

Малая контрастность и равноосность светлых пятнышек на электронномикроскопических снимках после естественного старения сплава Al-Zn дают основание предполагать, что во время естественного старения в сплаве возникают зоны равноосной формы, относительно слабо обогащенные атомами цинка и имеющие искаженную структуру матрицы. Рентгеновские данные Гинье [3] также свидетельствуют о том, что зоны скопления атомов цинка имеют примерно сферическую форму. Равноосность зон и относительно слабое их обогащение цинком находится в хорошем согласии с теорией Набарро [4]. По этой теории в стареющем сплаве могут выделяться частицы равноосной формы, когда их кристаллическая решетка когерентно связана с решеткой матрицы, а жесткость решеток одинакова. При относительно слабом насыщении зон цинком, согласно литературным данным [5], жесткость кристаллической решетки зон должна мало отличаться от жесткости кристаллической решетки сплава.

Сравнение электронномикроскопических и рентгеновских данных приводит к заключению, что диффузное пятно, ближайшее к лауэ-пятну (возникшему от того же кристалла, что и аномальные эффекты), является эффектом формы. Ему соответствуют области нарушения в кристалле размером 150÷200 Å. Электронный микроскоп дает средний размер областей, обогащенных цинком, в 140 Å.

Несимметричность и характер трансформации в процессе старения других пятен приводит к выводу, что диффузное пятно, наблюдаемое под меньшим углом относительно соответствующего лауэ-пятна, связано с искаженной структурой матрицы вблизи зон, а диффузное пятно в виде полумесяца, развивающееся при искусственном старении в линейные эффекты, связано с искаженной структурой самих зон.

Постоянство толщины зон и частиц цинка в значительном интервале времени искусственного старения свидетельствует, с одной стороны, о качественной правильности теории Набарро, согласно которой частицам распада энергетически выгодно расти только в диаметре, и, с другой, о том, что вокруг зон и частиц существуют устойчивые области, обедненные атомами цинка.

Неизменность толщины зон и частиц цинка во время разупрочнения сплава (вызванного появлением частиц цинка) свидетельствует также о том, что это разупрочнение связано главным образом с разрывом когерентных связей между продуктами распада, а не с коагуляцией зон и частиц цинка. При исследовании сплава Al-Cu мы также обнаружили, что толщина зон и частиц метастабильной фазы в значительном интервале времени старения не менялась как при упрочнении, так и при разупрочнении сплава (при 150÷190°). Это показывает также, что разупрочнение связано главным образом не с коагуляцией, а с разрывом когерентных связей между продуктами распада.

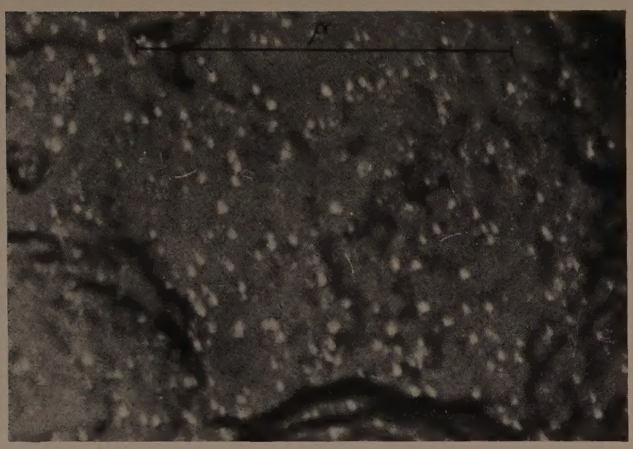
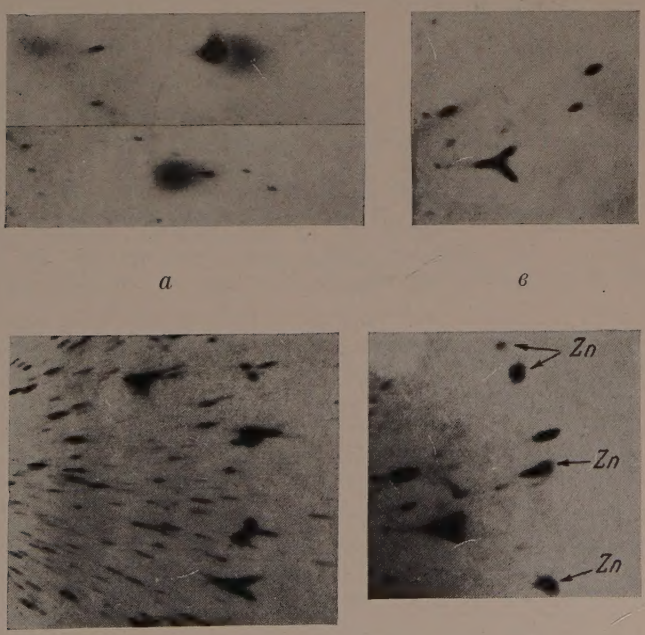


Рис. 1. Электронномикроскопический снимок сплава Al-Zn, состаренного при 130° в течение 6 час (увеличение 50 000 ×)



а *в*

б *г*

Рис. 3. Эффекты аномального рассеяния на рентгенограммах сплава Al-Zn (увеличение 1,4×) после: *а* — естественного старения в течение 70 час, *б* — старения при 200° в течение 1 час, *в*— старения при 200° в течение 3 час, *г* — старения при 200° в течение 5 час и дополнительного естественного старения в течение 30 дней для *б*, *в*, *г*

Дополнительное естественное старение сплава Al-Zn обусловлено увеличением концентрации цинка в зонах и их аллотропического раздробления на частицы. На это указывает отсутствие диффузных аномальных эффектов, связанных с узлами обратной решетки твердого раствора, появление пятен цинка на рентгенограммах и неизменность электронномикроскопической картины после дополнительного старения.

По существующим представлениям появление частиц стабильной фазы в сплаве должно сопровождаться значительным его разупрочнением. После же дополнительного естественного старения сплава Al-Zn разупрочнения не наблюдается. Повидимому, в сплаве при перестройке кристаллической решетки, соответствующей концентрации атомов в зонах, в решетке цинка происходит не только снятие напряжений, обусловленных когерентностью зон и матрицы, но и возникновение новых напряжений за счет «гидростатического» давления. Это давление может возникнуть в результате того, что при перестройке изменяется упаковка атомов в зонах с 0,74 (кубическая гранецентрированная решетка) до 0,65 (гексагональная решетка цинка). Напряжения, вызванные «гидростатическим» давлением, устойчивы при низких температурах и сообщают сплаву высокую твердость.

Процессом, определяющим старение сплава, является процесс обогащения зон цинком.

В заключение авторы выражают благодарность А. М. Елистратову за консультацию при освоении рентгеновского метода исследования грубозернистых образцов. Авторы также выражают благодарность М. Ф. Комаровой за помощь в экспериментальной работе.

Институт физики металлов
Уральского филиала
Академии наук СССР

Цитированная литература

1. Елистратов А. М., ДАН СССР, 69, *3*, 337 (1949).
2. Электронная микроскопия. Под редакцией А. А. Лебедева. — ГИТЛЛ, М., 1954.
3. Guinier A., Métaux et Corrosion, 18, 209 (1943).
4. Nabarro F. R. N., Proc. Roy. Soc., A175, 519 (1940).
5. Gmeling's Handbuch der Anorganischen Chemie, 35, Teil A, Lief. 5, 747 (1929).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

О. В. БОГОРОДСКИЙ и Я. С. УМАНСКИЙ

ИЗМЕНЕНИЕ ТОНКОЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ АУСТЕНИТНОЙ МАРГАНЦЕВОЙ СТАЛИ ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Причины чрезвычайно большого упрочнения аустенитной высокомарганцевой стали (стали Гадфильда) при холодной деформации недостаточно ясны. В ряде работ [1—3] указывается на изменение внутризеренной структуры при холодной деформации этой стали, однако эти работы носят качественный характер в оценке как величины блоков, так и микродеформаций.

По весьма грубому определению Госса [2], величина блоков при 80%-ном обжатии прокаткой составляет 10^{-6} и 10^{-7} см.

В настоящей работе исследовались в зависимости от степени деформации: а) внутризеренная структура основного твердого раствора аустенитной марганцевой стали, б) твердость, в) период решетки аустенита. Кроме того, грубо оценивались изменения ферромагнитных свойств при статическом сжатии.

На основании полученных экспериментальных данных была сделана попытка установить причины упрочнения этой стали при деформации.

1. Объект и методика исследования

Исследовалась горячекатанная сталь, содержащая 1,14 % C, 12,30 % Mn, 0,32 % Si, 0,006 % S, 0,041 % P. Образцы размером $10 \times 10 \times 2$ мм деформировались на прессе Гагарина со скоростью 3 мм в минуту. Перед деформацией образцы закаливались с 1050° в воду. Из деформированных образцов методом электроискровой резки вырезались столбики, диаметр которых затем электролитическим стравливанием доводился до 0,3 мм. Рентгенограммы снимались в излучении Fe-K_α в камере РКУ ¢85,95 мм. Фотометрирование линий (111) и (222) производилось визуально, на микрофотометре МФ-4, почернение выдерживалось в пределах 0,2÷0,9. Данные по каждой линии усреднялись по 10 фотометрическим кривым. В качестве эталона принималась ширина линии закаленного образца.

Периоды решетки определялись по рентгенограммам, снятым в излучении Cr-K_α; для расчета бралась линия $(311)_\beta$ (угол $\vartheta = 73°$).

Твердость измерялась по Виккерсу, затем ее значения переводились в шкалу R_C. Ферромагнитные свойства определялись грубо. При 30%-ном статическом сжатии появляется заметный ферромагнетизм, при 70%-ной деформации образцы становятся сильно магнитными; на рентгенограммах этих образцов появлялись очень размытые линии α-фазы. При обжатии прокаткой даже до 80% образцы не проявляли магнитных свойств и линий α-фазы на рентгенограммах не наблюдалось.

Тонкая структура исследовалась по размытию диффракционных линий, причем расчет величин блоков и микродеформаций производился двумя различными методами: первый метод [4, 5], основанный на зависимости уширения диффракционной линии от брегговского угла, содержит некоторую неопределенность при подборе аналитических выражений распределения

интенсивности как для эталонной и уширенной кривой, так и для кривых уширения за счет мозаичности и микродеформаций; второй метод [6] свободен от каких-либо допущений относительно формы диффракционной линии и основан на гармоническом анализе формы «истинного» уширения.

Кратко опишем применение к нашему случаю обоих методов. При использовании первого метода сначала следует подобрать аналитическое выражение для эталонной диффракционной линии и для линии с теми же индексами, но при различных степенях деформации.

Выбор вида функции проводился по методу, указанному в работе [5]. Наиболее подходящей функцией оказалась функция вида

$$I = \frac{I_0}{1 + k^2 x^2}, \qquad (1)$$

где I — интенсивность на расстоянии x от центра линии, I_0 — интенсивность центра линии, т. е. при угле θ_0, k — коэффициент, учитывающий уширение контура линии в зависимости от свойств образца и геометрии съемки. При этом распределении интенсивности уширение β определяется выражением

$$\frac{\beta}{B} = 0{,}5\left[\left(1 - 4\frac{b}{B}\right) + \sqrt{8\frac{b}{B} + 1}\right], \qquad (2)$$

где b и B — соответственно ширина эталонной и ширина уширенной линий в радианах.

Аналитические выражения для распределений интенсивности, обусловленных мозаичностью и микродеформациями, принимались того же вида, что и (2), поэтому уширения за счет первого и второго факторов находились из решения системы уравнений:

$$\left.\begin{aligned}
&\frac{m_1}{\beta_1} = 0{,}5\left[\left(1 - 4\frac{n_1}{\beta_1}\right) + \sqrt{8\frac{n_1}{\beta_1} + 1}\right],\\
&\frac{m_2}{\beta_2} = 0{,}5\left[\left(1 - 4\frac{n_2}{\beta_2}\right) + \sqrt{8\frac{n_2}{\beta_2} + 1}\right],\\
&\frac{m_2}{m_1} = \frac{\cos\vartheta_1}{\cos\vartheta_2},\\
&\frac{n_2}{n_1} = \frac{\operatorname{tg}\vartheta_2}{\operatorname{tg}\vartheta_1},
\end{aligned}\right\} \qquad (3)$$

здесь m_1 и m_2 — уширения от мозаичности для линий (111) и (222), а n_1 и n_2 — уширения от микродеформаций.

Строились графики зависимостей

$$\frac{m_1}{\beta_1} = f_1\left(\frac{\beta_2}{\beta_1}\right) \quad \text{и} \quad \frac{n_2}{\beta_2} = f_2\left(\frac{\beta_2}{\beta_1}\right), \qquad (4)$$

из которых непосредственно определялись n_1 и n_2 и m_1 и m_2. Параллельно с этим для проверки использовалась зависимость уширения мозаичности от длины волны λ (съемка в излучениях Cr и Mo).

Второй метод, как уже указывалось, основан на гармоническом анализе кривой «истинного» уширения. Известно [6], что

$$A_t^{\text{деф}} = \overline{\cos 2\pi l z_t}, \qquad (5)$$

где $A_t^{\text{деф}}$ — коэффициент разложения в ряд Фурье кривой уширения за счет микродеформаций, z_t — относительное смещение, l — индекс отражающей плоскости в системе осей $(00\,l)$ обратной решетки, выбранных так, что l по направлению совпадает с нормалью к плоскости, а две другие оси параллельны ей; $a_3 z_t$ — разность смещений в направлении нормали к плоскости для двух ячеек, отстоящих друг от друга на t периодов (a_3 — пе-

риод вдоль нормали к отражающей плоскости):

$$l = \frac{a_3}{a_0}\sqrt{h_1^2 + h_2^2 + h_3^2}, \qquad (6)$$

здесь a_0 — ребро кубической ячейки; h_1, h_2, h_3 — индексы отражающей плоскости.

$$A_t^{\text{бл}} = \frac{1}{N}\sum_{j=|t|+1}(j - |t|)\,n_j = \frac{1}{N}\int_{j=|t|+1}(j - |t|)\,P(j)\,dj, \qquad (7)$$

где $A_t^{\text{бл}}$ — коэффициент разложения в ряд Фурье кривой уширения за счет мозаичности, n_j — число блоков с числом периодов j вдоль нормали к отражающей плоскости, N — общее число ячеек, $P(j)$ — функция распределения блоков по размерам.

Анализ с применением этого метода включает следующие этапы.

А. Определение коэффициентов ряда «истинной» суммарной кривой уширения (имеется в виду наложение двух указанных эффектов уширения) весьма детально описано в работах А. И. Китайгородского [6, 7].

Вычисление значений коэффициентов ряда кривой уширения велось по формулам

$$F_{\cos} = \frac{H_{\cos}G_{\cos} + H_{\sin}G_{\sin}}{(G_{\cos}^2 + G_{\sin}^2)\,a}, \quad F_{\sin} = \frac{H_{\sin}G_{\cos} - H_{\cos}G_{\sin}}{(G_{\cos}^2 + G_{\sin}^2)\,a}, \qquad (8)$$

где $F_{\cos}$ и $F_{\sin}$ — коэффициенты ряда при разложении искомой кривой уширения; $H_{\cos}$, $H_{\sin}$ и $G_{\cos}$, $G_{\sin}$ — то же соответственно для уширенной и для эталонной кривых.

Изменение абсолютной величины коэффициентов не имеет никакого значения. Чтобы проверить, правильно ли найдены значения $F_{\cos}$ и $F_{\sin}$, следует синтезировать функцию по имеющемуся ряду; то же следует проделать и для коэффициентов G и H, хотя бы для нескольких значений x (x — интервал разложения функции в ряд Фурье).

Практически разложение в ряд эталонной и уширенных фотометрических кривых производится при помощи штрипсов или шаблонов [8]; последние более пригодны для этой цели, так как позволяют произвести разбиение интервала разложения на большее число частей, кратное числу частей, для которого изготовлены шаблоны. Таким образом мы получаем промежуточные значения коэффициентов, что важно для воспроизведения более точной формы кривой. В нашем случае $F_{\sin}$ получились практически равными нулю, что указывает на симметрию кривой «истинного» уширения и, следовательно, на отсутствие суммарного сжатия или растяжения кристаллической решетки.

Б. Преобразование Фурье функции «истинного» уширения. Построение графической зависимости $A_t^{\text{общ}} f(t)$, т. е. зависимости значений коэффициентов кривой «истинного» уширения от порядка коэффициента, по сути дела и будет таким преобразованием.

Преобразование Фурье связано в данном случае с переходом к пространству обратной решетки, однако эта операция не изменит вида преобразованных кривых, поскольку координата участка размытой линии по пленке пропорциональна координате «размытого» узла в пространстве обратной решетки. Очевидно, что все дело в масштабе перехода, что удобно сделать позднее.

В. Разделение эффектов мозаичности и микродеформаций. Если на рентгенограмме имеется несколько порядков отражения от одной и той же плоскости, то можно вполне точно разделить указанные эффекты [9]. Когда же на рентгенограмме имеются отражения только 1-го или 1-го и 2-го порядков, то такой метод не применим. Для этого случая существуют приближенные методы, указанные

в работе Б. Я. Пинеса [10]; один из них применялся в настоящей работе и основан на предположении, что все блоки имеют одинаковый размер. Это значит, что

$$\frac{dA_t^{\text{бл}}}{dt} = \frac{dA_t^{\text{бл}}}{dt}\bigg|_{t=0} = k = \text{const}. \tag{9}$$

Известно, что первая производная $\frac{dA_t^{\text{общ}}}{dt}$ при $t = 0$ дает средний размер блока, ее легко найти из графика рис. 1, где нанесена зависимость от t коэффициентов $A_t^{\text{общ}}$ для различных степеней деформаций. Очевидно, что коэффициенты функции уширения за счет блочности лежат на касательных к кривым $A_t^{\text{общ}} = f(t)$ в точке $t = 0$. Чтобы определить $A_t^{\text{деф}}$ используем соотношение

$$A_t^{\text{общ}} = A_t^{\text{бл}} A_t^{\text{деф}}. \tag{10}$$

Г. Вычисление величины блоков и микродеформаций. Чтобы вычислить абсолютные величины блоков и микродеформаций (выраженные в Å), надо перейти от масштаба выбранного интервала разложе-

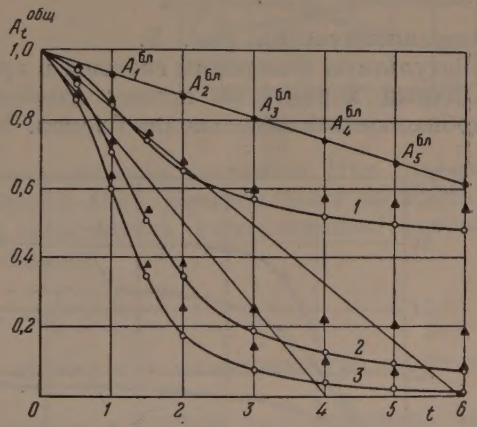


Рис. 1. Зависимость коэффициентов $A_t^{\text{общ}}$ функции «истинного» уширения от порядка t коэффициента (преобразование Фурье функции «истинного» уширения) при различных степенях деформации (*1*—10%, *2* — 30%, *3*—50% деформации) для линии (222). Треугольниками обозначена та же зависимость для линии (111). Прямые определяют коэффициенты функции уширения за счет блочности

ния $\left(-\frac{a}{2} < x < \frac{a}{2}\right)$ на пленке к масштабу $\left(-\frac{1}{2} < x < \frac{1}{2}\right)$ кристаллической решетки, хотя и без этого пересчета качественно легко видеть как изменение величины блоков, так и изменение величины микродеформаций при различных степенях деформаций, поскольку первая производная $\frac{dA_t^{\text{общ}}}{dt}\Big|_{t=0}$ дает средний размер блока в направлении нормали и отражающей плоскости, а $\frac{d^2A_t^{\text{общ}}}{dt^2}\Big|_{t=0}$ — нижний предел микродеформаций.

Пересчет подробно описан в работе Б. Я. Пинеса [11]; здесь укажем только окончательные формулы, по которым мы производили пересчет:

$$L = t'a_3, \quad t' = \frac{a'}{a}t, \quad a' = \frac{2r\,\text{tg}\,\vartheta_0}{l}, \tag{11}$$

где L — непрерывная координата кристаллической решетки в направлении l, a — выбранный интервал разложения на пленке в мм, a' — соответствующий интервал в обратной решетке, r — радиус камеры, ϑ_0 — брегговский угол, t — порядок коэффициента при разложении в интервале a.

Таким образом, на рис. 1 можно нанести масштаб кристаллической решетки и отмерить для каждого случая размер блока, когда

$$A_t^{\text{деф}} = \overline{\cos 2\pi l z_t} = \exp(-2\pi^2 l^2 z_t^2),$$

$$\ln A_l^{\text{деф}} = -2\pi^2 l^2 \overline{z_l^2} = -2\pi^2 \frac{a_3^2}{a_0^2} \sum h_i^2 \overline{z_l^2} = -\frac{2\pi^2}{a_0^2} \sum h_i^2 \overline{\Delta L^2},$$

откуда

$$\sqrt{\overline{\Delta L^2}} = \frac{a_0 \sqrt{-\ln A_l^{\text{деф}}}}{\pi \sqrt{2 \Sigma h_i^2}}, \qquad (12)$$

где a_0 — период решетки, h_i — индексы отражающей плоскости.

2. Результаты исследования и их обсуждение

На рис. 2 показаны кривые зависимости $\sqrt{\overline{\Delta L^2}} = \varphi(L)$, построенные по формулам (11) и (12) и графику рис. 1, для линий (111) и (222).

Исходя из данных графика рис. 2, легко построить зависимость микродеформаций:

$$\varepsilon = \frac{\sqrt{\overline{\Delta L^2}}}{L} = \psi(L), \qquad (13)$$

представленную на рис. 3.

Результаты измерений сведены в график рис. 4.

Весьма характерна кривая изменения периода решетки аустенита, подобная кривой измельчения блоков. Уменьшение периода указывает на

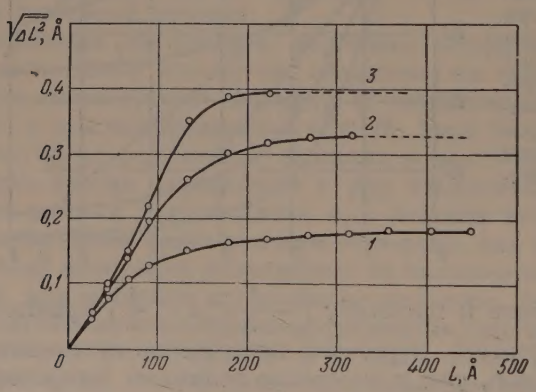


Рис. 2. Распределение смещений $\sqrt{\overline{\Delta L^2}}$ на длине L кристаллической решетки при различных степенях деформации: *1*—10%, *2*—30%, *3*—50%

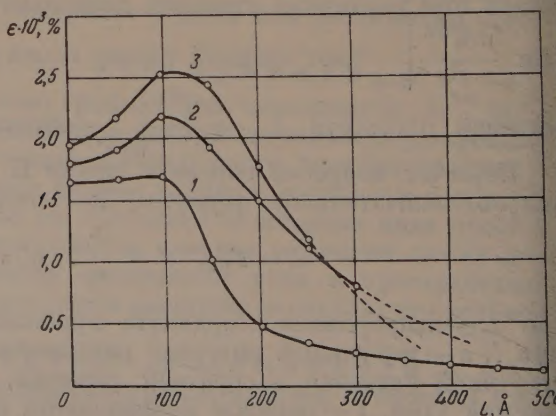


Рис. 3 Распределение микродеформаций ε на длине L кристаллической решетки при различных степенях деформации: *1*—10%, *2*—30%, *3*—50%

выделение карбидов и обеднение углеродом аустенита. Благодаря этому при высоких степенях деформации появляется α-фаза. Значительно измельчение блоков мозаики, проявляющееся уже при не очень высоки

степенях деформации, может быть вызвано лишь тем же выделением высокодисперсной карбидной фазы.

Такое влияние распада пересыщенного твердого раствора на мозаичную структуру последнего было обнаружено В. П. Львовской и Я. С. Уманским на сложном титано-вольфрамовом карбиде [12] и В. И. Елютиной и Я. С. Уманским [13] на бериллиевой бронзе. Я. С. Уманским было высказано [14] предположение о том, что измельчение блоков при распаде

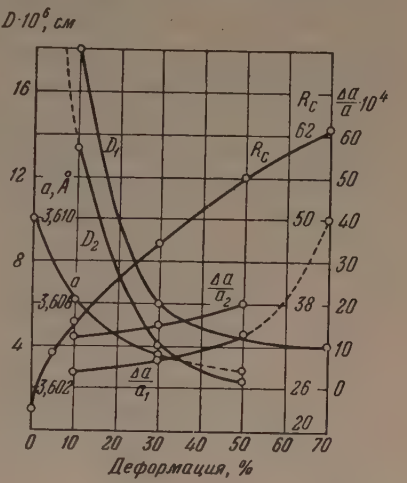


Рис. 4. Зависимости изменений твердости R_C, величины блоков D_1 и микродеформаций $\frac{\Delta a}{a_1}$, вычисленных первым методом, величины блоков D_2 и микродеформаций $\frac{\Delta a}{a_2}$, вычисленных вторым методом (гармонический анализ), и периода решетки a аустенита от степени деформации

является основной причиной дисперсионного твердения. При этом им были использованы представления Брегга [15]. Бреггом была выведена, хотя и приближенно, весьма простая зависимость скалывающего напряжения σ_τ от линейных размеров Δ блоков:

$$\sigma_\tau = \frac{1}{2} G \frac{a}{\Delta}, \qquad (14)$$

где G — модель упругости при сдвиге, a — межатомное расстояние в направлении скольжения.

Конечно, формула Брегга является грубым приближением, так как она не учитывает углов разориентировки блоков, несомненно сказывающихся на сопротивлении пластической деформации, а также наличия между блоками частиц другой фазы.

Однако, несомненно, учет этих факторов не должен изменить основного смысла формулы: чем мельче блоки мозаичной структуры, тем выше сопротивление данного сплава пластической деформации.

Выводы

1. Сравнение двух примененных методов расчета величин блоков мозаичной структуры и микродеформаций показало удовлетворительное совпадение величин, рассчитанных этими методами.

2. На основании полученных данных измельчение блоков мозаичной структуры следует считать определяющим фактором упрочнения при холодной деформации стали Гадфильда.

3. Выделение карбидов является причиной измельчения блоков, которое и приводит в основном к упрочнению материала.

Московский институт стали
им. И. В. Сталина

Цитированная литература

1. Niconoff D., Trans. Amer. Soc. Met., 31, 519 (1941).
2. Goss N. P., Trans. Amer. Soc. Met. 34, 632 (1945).
3. Goss N. P., Steel. 120, 29, 74 (1947).

4. Лысак Л. И., в Сб. «Вопросы физики металлов и металловедения», вып. 3, стр. 28. — Изд. АН УССР, Киев, 1952.
5. Лысак Л. И., в Сб. «Вопросы физики металлов и металловедения», вып. 5, стр. 22.— Изд. АН УССР, Киев, 1954.
6. Китайгородский А. И., Рентгеноструктурный анализ мелкокристаллических и аморфных тел, стр. 135.— ГТТИ, М.— Л., 1952.
7. Китайгородский А. И., УФН, **48**, 97 (1952).
8. Смирнов В. И., Курс высшей математики, т. 2, стр. 420.— Гостехиздат, М.— Л., 1949.
9. Warren B. E., Averbach B. L., J. Appl. Phys., **23**, *3*, 497 (1952).
10. Пинес Б. Я., ДАН СССР, **103**, *4*, 601 (1955).
11. Пинес Б. Я., Березняк Н. Г., ЖТФ, **24**, 329 (1954).
12. Львовская В. П., Уманский Я. С., ЖТФ, **20**, 1167 (1950).
13. Елютина В. И., Уманский Я. С., Труды Московского института стали им. И. В. Сталина, т. 33, стр. 153. — Металлургиздат, М., 1955.
14. Уманский Я. С., в Сб. «Применение рентгеновых лучей к исследованию материалов», стр. 47.— Машгиз, Л., 1949.
15. Bragg W. L., Engineering, **157**, 394 (1944).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

М. И. ЗАХАРОВА и И. Б. МОГАРЫЧЕВА

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВТЕКТОИДНОГО РАСПАДА В СПЛАВЕ Cu-Sn

Для изучения распада твердого раствора особый интерес представляет исследование структурных изменений в начальной стадии распада. В последние годы появилось довольно много исследований, в которых механизм распада пересыщенного твердого раствора изучался по анализу аномального диффузного рассеяния рентгеновых лучей. Диффракционная картина на начальных стадиях выделения новой фазы из пересыщенного твердого раствора отличается в некоторых сплавах богатством аномальных диффракционных эффектов.

Естественно было ожидать, что и процесс эвтектоидного распада в начальных стадиях, в момент образования зародышей новых фаз, будет сопровождаться аномальным диффузным рассеянием. Для проверки этого предположения нами был изготовлен сплав меди с 27% олова, в котором β-фаза, стабильная при высоких температурах, распадается при низких температурах отпуска на α- и γ-фазы. Последовательность выделения фаз в сплавах медь-олово и их ориентировка исследовались обстоятельно в работах Г. В. Курдюмова и его сотрудников [1—3].

В данной работе исследование эвтектоидного распада сплава Cu-Sn с 27% Sn проводилось на монокристаллах, выращенных методом медленного охлаждения жидкого сплава, при температурах отпуска 150, 218, 250, 300 и 350°. Время отпуска менялось от нескольких секунд до 60 час при 218° и до 31 час при 250°.

Изучение структурных изменений проводилось методом диффракции монохроматического или смешанного рентгеновского излучения на неподвижном монокристалле. Съемка рентгенограмм производилась в излучении Mo-K_α при напряжении 40 kV. Монохроматизация излучения достигалась путем отражения от плоского кристалла фтористого лития. Для сохранения ориентировки фаз при последующих отжигах кристалл подвергался термической обработке в зажиме, который при съемке укреплялся на верхнем секторе гониометрической головки.

При съемке закаленного образца на смешанном излучении на рентгенограмме наблюдались только максимумы β-фазы. Исследование изотермического распада при температуре 300° показало, что уже после 6 сек нагрева на рентгенограмме появляются аномальные диффракционные эффекты в виде нерадиальных диффузных полос.

Увеличение интенсивности диффузных полос после отжига в течение 12 и 24 сек, появление разрывов и максимумов на полосах после отжига в течение 48 сек, увеличение интенсивности максимумов на полосах после отжига в течение 5 мин — все это позволяет сделать заключение, что эти полосы являются не тепловыми, а структурными, характерными для двухмерной решетки пластинчатых выделений.

Построение гномостереографической проекции полос, появляющихся на рентгенограммах при различных ориентировках кристалла, показывает, что проекции эти образуют большие круги, пересекающиеся в полюсах типа (110) и (100). Следовательно, пластинчатые выделения располагаются в решетке матрицы параллельно плоскостям (110) и (100) [4].

Подобная же диффракционная картина наблюдается после изотермического отжига при температурах 250, 218 и 150°.

При температуре 250° после отжига в течение 2 мин появляются диффузные полосы, после 40 мин интенсивность максимумов на них возрастает, после отжига в течение 2 час появляются разрывы в полосах и много диффузных максимумов, не лежащих на полосах и не относящихся к решетке β-фазы. Число и интенсивность этих максимумов возрастают с увеличением времени отжига до 19 час. После отжига в течение 31 час диффузные максимумы переходят в четкие максимумы трехмерной диффракции новых фаз. На фоне очень большого количества максимумов новых фаз сохранились наиболее сильные максимумы β-фазы. Следовательно, эвтектоидный распад в монокристаллах твердого раствора β-фазы происходит неравномерно по объему: наряду с вполне распавшимися областями сохраняются области нераспавшегося твердого раствора, благодаря наличию которых и сохраняются максимумы β-фазы. При этом даже на той стадии, когда в кристалле остается нераспавшейся лишь очень небольшая область, в этой области образуются сначала двухмерные зародыши новых фаз.

Аналогичная картина распада наблюдается и после отжига при температуре 218°. Аномальные диффракционные эффекты в виде полос и пятен наблюдаются после отжига в течение 3 сек. С увеличением времени отжига интенсивность и число максимумов возрастают.

При температуре 150° подобные аномальные диффракционные эффекты оказываются довольно интенсивными через 30 сек и еще более интенсивными через 2,5 мин, тогда как при исследовании распада методом диффракции в поликристалле начало распада в виде линии новой фазы под углом отражения 61°10′ появляется только через 10 мин.

Исследование эвтектоидного распада при температуре отжига 350° производилось нами на смешанном и монохроматическом излучении. При съемке на смешанном излучении после отжига в течение 10 сек на рентгенограмме появляются диффузные пятна и полосы. С увеличением времени отжига до 2 мин появляются новые диффузные пятна и увеличивается интенсивность полос. Построение гномостереографической проекции полос дает тот же результат, что и при других температурах отжига, а именно, что пластинчатые выделения новых фаз расположены параллельно плоскостям типа (100) и (110) маточной решетки, но на рентгенограммах имеется еще большое количество коротких полос, для которых невозможно определить полюс пересечения на проекции.

Для исследования формы и расположения областей аномального рассеяния в пространстве обратной решетки производилась съемка серии рентгенограмм на монохроматическом излучении с неподвижного «монокристалла» при поворотах вокруг оси [001] на 3—5° в интервале 45° [5]. На рис. *а* (см. вклейку *II*) представлена рентгенограмма, снятая на смешанном, на рис. *б* (см. ту же вклейку) — на монохроматическом излучении при ориентировке кристалла осью [100] параллельно лучу, на рис. *в* и *г* (см. ту же вклейку) — такие же рентгенограммы при ориентировке кристалла осью [110] параллельно лучу.

Построение областей аномального рассеяния по некоторым диффузным пятнам показало, что ряд областей в прямой решетке имеет пластинчатую форму и расположен параллельно плоскости (110) β-фазы; наряду с ними, как показывает аналогичное построение по другим диффузным пятнам (рис. *б*), имеются области, расположенные параллельно плоскости (100). Остальные диффузные пятна появляются на рентгенограммах при поворотах кристалла только в очень малом интервале углов, и при построении в пространстве обратной решетки они имеют очень малую протяженность, так что определение их ориентировки затруднительно.

Рентгенограмма сплава Cu + 27% Sn после отпуска при 350° в течение 2 мин, полученная: *а* — на смешанном Mo-K_α-излучении (ось [100] направлена по лучу); *б* — на монохроматизированном излучении (ось [100] направлена по лучу); *в* — на смешанном Mo-K_α-излучении (ось [100] направлена по лучу); *г* — на монохроматизированном излучении (ось [110] направлена по лучу)

Выводы

1. Эвтектоидный распад β-фазы в сплавах Cu с 27% Sn при температурах 150÷350° происходит последовательно в отдельных областях монокристалла.

2. Наличие в монокристалле уже распавшихся областей не влияет на протекание процесса в нераспавшихся участках твердого раствора.

3. Процесс распада начинается с образования двухмерных пластинчатых выделений параллельно плоскостям (110) и (100) исходной β-фазы.

Кафедра физики твердого тела
Московского гос. университета
им. М. В. Ломоносова

Цитированная литература

1. Курдюмов Г. В., Исайчев И., Металлург, **1**, 25 (1934).
2. Исайчев И., ЖТФ, **9**, 1868 (1939).
3. Исайчев И., Салли И., ЖТФ, **10**, 752 (1940).
4. Баррет Ч. С., Структура металлов, стр. 582.— Металлургиздат, М., 1948.
5. Geisler A. H., Hill J. K., Acta Crystallogr., **1**, 238 (1948).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 195

Л. И. ЛЫСАК

АНАЛИЗ НАПРЯЖЕНИЙ* ВТОРОГО РОДА α-ФАЗЫ ЗАКАЛЕННОЙ И ОТПУЩЕННОЙ СТАЛИ

В ряде работ [1—4] было установлено, что свойства металла в значительной мере связаны с внутренними напряжениями. Было выяснено, что для состояния высокой прочности металла характерно наличие больших искажений II и III родов кристаллической решетки. Эти результаты способствовали усилению интереса к изучению не только связи между свойствами металла и структурой, но и к изучению природы самих искажений решетки, их характера и распределения в объеме.

Детальные исследования искажений III рода кристаллической решетки, дифференциация этих искажений на статические и динамические, определение их величин в стали, в закаленных и в деформированных металлах привели Г. В. Курдюмова совместно с сотрудниками к важным выводам о природе процессов упрочнения и разупрочнения [4].

Для дальнейшего уточнения представлений о природе этих процессов важно также глубже проникнуть в суть искажений II рода кристаллической решетки, выяснить их природу на разных этапах отпуска закаленной стали и влияние легирующих элементов на образование и изменение этих искажений.

В последние годы накоплено много новых экспериментальных фактов по изучению напряжений II рода как в стали, так и в деформированном металле.

На основании результатов изучения: 1) механизма и кинетики распада мартенсита закаленной стали, 2) изменения тонкой кристаллической структуры α-фазы стали при ее закалке и отпуске, 3) размытости линий изолированного мартенсита, 4) распределения интенсивности в интерференционных линиях (при помощи гармонического анализа) можно предложить подразделение напряжений II рода и вероятные закономерности их изменения при отпуске закаленной стали в следующем виде.

1. Закалочные, или первичные, напряжения. Они возникают в процессе закалки при фазовом превращении вследствие различия кристаллических решеток аустенита и мартенсита, а также благодаря происходящим при этом объемным изменениям. Природа этих напряжений особенно выяснилась после того, как в Институте металлофизики АН УССР была получена возможность электролитического выделения мартенсита из куска закаленной стали. Было обнаружено [5], что при освобождении кристаллов мартенсита от окружающей среды размытость его линий на рентгенограмме резко уменьшается. Размытость линий неизолированного мартенсита пропорциональна тангенсу угла отражения; размытость линий того же мартенсита, но изолированного от окружающей среды, пропорциональна секансу того же угла. На основании этого был сделан вывод, что каждый кристаллик мартенсита

* Из рентгеновских данных определяются искажения кристаллической решетки. Для вычисления по искажениям решетки внутренних напряжений нужно знать характер деформации микрообъемов металла. Поэтому в том случае, когда речь идет о непосредственных экспериментальных данных, лучше пользоваться термином «искажения кристаллической решетки».

в куске закаленной стали упруго деформирован как одно целое; после освобождения от окружающей среды кристаллики мартенсита разгибаются. Исследование размытости интерференционных линий привело к выводу, что размер блоков мартенсита составляет примерно $2{,}5 \cdot 10^{-6}$ см. Из гармонического анализа распределения интенсивности в линиях получилось, что область однородной деформации кристаллической решетки мартенсита в несколько раз меньше этой величины. Следовательно, область когерентного рассеяния рентгеновых лучей (блок) является объемом металла, который деформирован неоднородно.

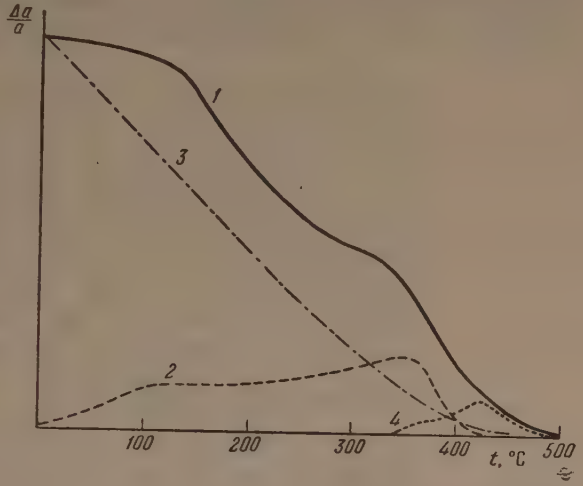


Рис. 1. Вероятная схема изменения искажений II рода кристаллической решетки α-фазы закаленной стали У10 при отпуске: *1* — экспериментально определяемых, *2* — когерентных, *3* — закалочных, *4* — дисперсионных

Таким образом, искажения II рода кристаллической решетки не являются следствием однородного упругого сжатия или растяжения блоков. Искажения решетки обусловлены изгибом или более сложной упругой деформацией блоков.

Интересно отметить, что снятие искажений решетки мартенсита посредством электролитического его выделения приводит к увеличению области однородной деформации. Это указывает на то, что при этом снятие искажений происходит путем выпрямления изогнутых пластиночек-блоков.

Закалочные напряжения максимальны в закаленной неотпущенной стали. Величина их зависит от количества углерода в стали. При отпуске эти напряжения уменьшаются в связи с тем, что с повышением температуры уменьшается предел текучести и становятся возможными пластические сдвиги в микрообластях металла, снимающие упругие искажения решетки. Изменение этих искажений при отпуске закаленной углеродистой стали изображено на рис. 1 кривой *3*.

2. Когерентные напряжения. При отпуске внутри кристаллов мартенсита образуются зародыши карбидной фазы. На ранних стадиях распада кристаллические решетки карбида и α-фазы могут быть связаны (когерентны) (рис. 2). Так как кристаллические решетки и отдельные объемы этих фаз различны, то на границе их раздела возникают напряжения, которые принято называть когерентными. Эти напряжения увеличиваются по мере увеличения числа и объема зародышей карбидной фазы. Максимальная величина когерентных напряжений зависит от прочности межатомной связи.

При температурах, нарушающих связанность кристаллических решеток указанных фаз (когда обособляются карбидные частицы от α-фазы), когерентные напряжения уменьшаются.

На рис. 1 кривой *2* изображено предполагаемое изменение когерентных (вторичных) искажений при отпуске углеродистой стали. В свежезакаленной стали они отсутствуют. По мере протекания распада мартенсита эти напряжения увеличиваются. Первый подъем кривой до температур 120÷150° соответствует протеканию первой стадии распада мартенсита. Эта стадия заключается в образовании зародышей карбида и их быстро затухающем росте. Кинетика этой стадии определяется числом зароды-

шей карбида, образующихся в единице объема за единицу времени. Пр дуктом этой стадии распада является еще значительно пересыщенны углеродом α-твердый раствор [6—9].

Второй подъем кривой в области температур 120÷350° (рис. 1) обусло лен окончанием второй стадии распада мартенсита, заключающейся в дал нейшем выделении углерода из α-твердого раствора одновременно по всем объему образца. При этом тетрагональная решетка мартенсита прибл жается к кубической α-железа. Значительное уменьшение $\Delta\alpha/\alpha$ (рис. связано с обособлением кристалликов карбида от α-фазы.

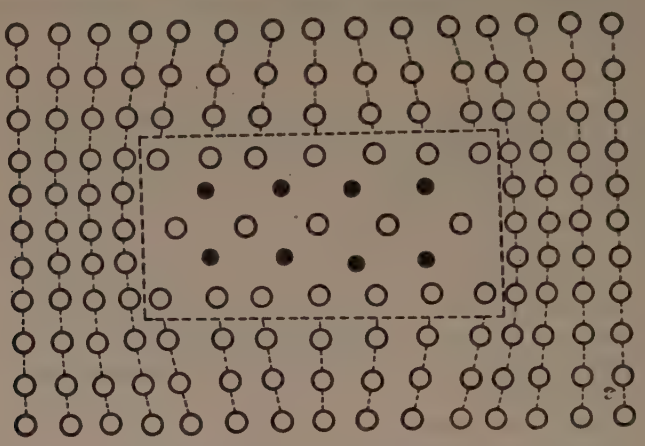


Рис. 2. Вероятная схема возникновения искажений решетки при образовании внутри кристаллика мартенсита зародыша карбидной фазы

Области однородного искажения решетки при отпуске несколько ув личиваются параллельно увеличению размера блоков [10]. В области те пературы дробления блоков (350÷450°) протяженность однородных иск жений решетки несколько уменьшается. Это можно объяснить тем, ч снятие искажений происходит не путем выпрямления изогнутых пласт ночек, а путем пластических деформаций, например скольжен по ненапряженной зоне изогнутой пластиночки.

При температуре, соответствующей значительному уменьшению ко рентных напряжений, растет число дисперсных, обособленных криста ликов карбида, распределенных внутри кристалликов α-фазы. Так к удельный объем самостоятельной, изолированной карбидной фазы отлич от объема как α-фазы, так и карбидных частиц, решетки которых связан то при росте числа обособленных кристалликов карбида увеличиваю так называемые дисперсионные напряжения рис. 1 (кривая *4*).

Экспериментальными фактами, говорящими в пользу существован вторичных (когерентных и дисперсионных) напряжений в стали, являю следующие:

а) области когерентного рассеивания рентгеновых лучей (блоки) р дробляются как раз в той области температур отпуска, в которой закан вается распад мартенсита и практически снимаются напряжения II ро раздробление блоков может быть связано со снятием напряжений пу пластических сдвигов в субмикроскопических областях [10];

б) в изолированном мартенсите, в котором первичные напряжен практически отсутствуют, напряжения II рода не только не понижаю но даже несколько повышаются при отпуске до температуры 350°, вы которой они резко падают.

Таким образом, закалочные (первичные) напряжения II рода предст ляют собой следствие упругой деформации каждого кристаллика март сита как целого. Вторичные напряжения хотя и дают рентгенографичес

сот же эффект — размытие линий, что и первичные, однако отличны от последних тем, что они локализованы внутри самих кристаллов мартенсита и, следовательно, уравновешены в пределах значительно меньших объемов металла, чем первичные.

Из рассмотренной выше схемы видно, что действие экспериментально определяемых напряжений II рода (точнее — искажений кристаллической решетки) при отпуске закаленной стали можно представить как результат действия первичных и вторичных напряжений. Характер изменения «результативных» напряжений зависит от относительных величин первичных и вторичных напряжений.

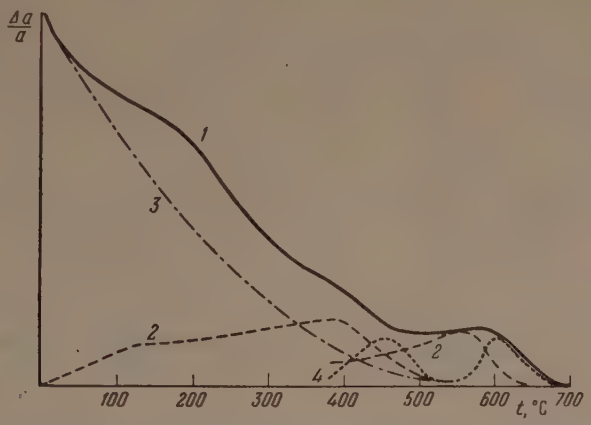


Рис. 3. Вероятная схема изменения искажений II рода при отпуске кристаллической решетки α-фазы закаленной легированной стали, когда в ней образуется цемент и один специальный карбид. Обозначения те же, что на рис. 1

В углеродистой стали с большим содержанием углерода (0,8÷1,4%) закалочные напряжения значительно превосходят вторичные. Поэтому изменение «результативных» напряжений должно получиться подобным изменению закалочных. Это видно из сопоставления схемы (рис. 1) с экспериментальной кривой изменения напряжений II рода при отпуске стали с 1,4% C [11].

В малоуглеродистой стали закалочные напряжения малы. Поэтому здесь следует ожидать сохранения или даже роста величины экспериментально определяемых напряжений в области температур конечной стадии образования цементита, где образуются вторичные напряжения.

В легированных сталях, в которых, кроме цементита, образуются специальные карбиды, могут получаться при отпуске дополнительные максимумы вторичных напряжений, число которых определяется числом карбидных превращений. Эти максимумы могут быть видны только в том случае, если закалочные напряжения не велики или если эти максимумы получаются при более высоких температурах, чем температура снятия закалочных искажений (рис. 3).

Следовательно, предложенная здесь классификация и схема изменения напряжений II рода при закалке и отпуске стали дает возможность объяснить наблюдаемое при отпуске изменение искажений решетки не только углеродистых, но и в легированных сталях.

На рис. 4 приведена зависимость изменения искажений II рода кристаллической решетки ванадиевой стали (0,82% C, 1,07% V) от температуры отпуска [3]. Такой характер кривой может быть истолкован на основании предлагаемой здесь схемы следующим образом. Сильное снятие искажений решетки до температуры 450÷500° может быть объяснено уменьшением

закалочных напряжений, задержка в снятии искажений — повышение вторичных напряжений вследствие образования специального карбида. Необходимо отметить, что как раз в области температур задержки снятия искажений наблюдается вторичное твердение стали.

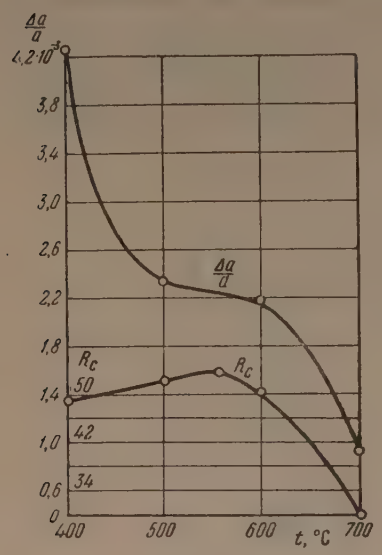


Рис. 4

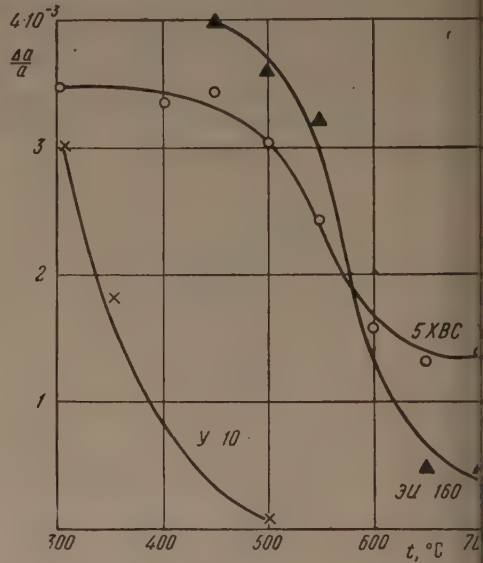


Рис. 5

Рис. 4. Зависимость изменения искажений II рода кристаллической решетки α-фазы и твердости ванадиевой стали от температуры отпуска

Рис. 5. Изменение искажений II рода кристаллической решетки α-фазы сталей 5ХВС, ЭИ160 и У10 при отпуске

На рис. 5 показано изменение искажений решетки при отпуске двух штамповых сталей 5ХВС и ЭИ160 и стали У10 [2]. Замечательным для них является то, что при отпуске выше температуры 550° искажени

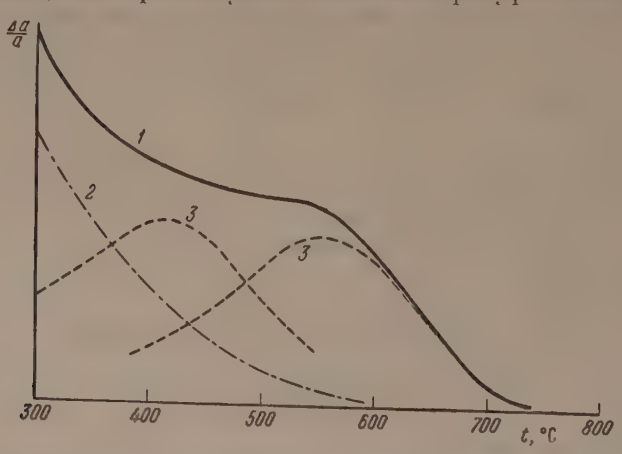


Рис. 6. Вероятная схема изменения искажений II рода кристаллической решетки α-фазы стали ЭИ160 при отпуске: *1* — экспериментально определимых, *2* — закалочных, *3* — вторичных (когерентных и дисперсионных)

в менее легированной стали 5ХВС больше, чем в более легированно ЭИ160. Установлено, что изменение твердости происходит параллельн изменению искажений решетки.

Наблюдаемая закономерность изменения искажений решетки может быть истолкована схемой, представленной на рис. 6 и 7. В стали ЭИ1

образуются два карбида — цементит и один специальный карбид. Поэтому олучаются два максимума вторичных напряжений. В стали 5ХВС полуаются последовательно один за другим три карбида — цементит и два пециальных карбида, поэтому получаются три максимума вторичных апряжений и это приводит к сохранению их до более высоких температур.

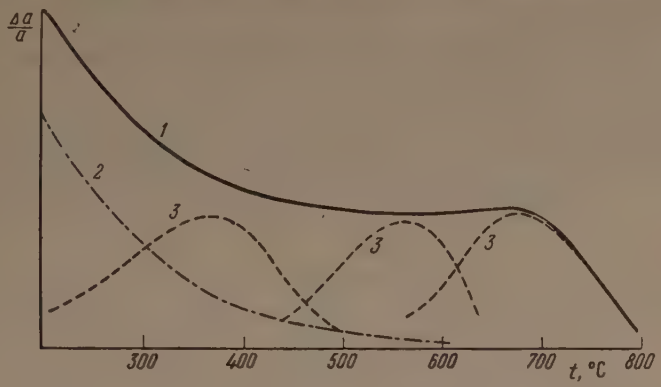


Рис. 7. То же, что на рис. 6, но для стали 5ХВС

На основании результатов изучения внутренних напряжений и твердости штамповых сталей намечается важный вывод относительно принципа рационального легирования стали для сохранения состояния высокой прочности при высоких температурах. Наши данные показывают, что для этого число легирующих элементов не является главным. Важно подобрать такое соотношение этих элементов, при котором бы по мере повышения температуры происходили изменения кристаллической структуры карбида, сопровождаемые появлением максимумов вторичных напряжений. Чем выше температуры карбидных превращений, тем выше температуры, при которых разупрочняется сталь. Разумеется, при этом имеет существенное значение природа легирующих элементов и карбидных фаз.

В заключение укажем, что приведенный здесь анализ искажений II рода кристаллической решетки α-твердого раствора еще более усложнится, если учесть изменения его состояния, происходящие при превращении остаточного аустенита во время отпуска стали.

Выводы

1. Экспериментально определяемые искажения II рода кристаллической решетки мартенсита стали мы предлагаем рассматривать как суммарный эффект:

а) закалочных искажений, образующихся при фазовом превращении;

б) когерентных искажений, получающихся внутри кристаллов мартенсита во время начальной стадии распада перенасыщенного α-твердого раствора;

в) дисперсионных искажений, образующихся также внутри кристаллов мартенсита при обособлении кристаллов карбидной фазы от твердого раствора.

2. На основании результатов прежних исследований нами даны вероятные закономерности изменения каждого из указанных типов искажений решетки при отпуске стали.

Институт металлофизики
Академии наук УССР

Цитированная литература

1. Давиденков Н. Н., в Сб. «Применение рентгеновских лучей к исследованию материалов».—ОНТИ, М.— Л., 1936.
2. Лысак Л. И., Нестеренко Е. Г., в Сб. «Вопросы физики металлов и металловедения», *4*.— Изд. АН УССР, Киев, 1953.

3. Лысак Л. И., Хандрос Л. Г., в Сб. «Вопросы физики металлов и металло ведения», № 4.— Изд. АН УССР, Киев, 1953.
4. Курдюмов Г. В., Крицкая В. К., Ильина В. А., Лысак Л. И. Изв. АН СССР, Серия физич., **17**, 297 (1953).
5. Арбузов М. П., ДАН СССР, **74**, 1085 (1950).
6. Курдюмов Г. В., Лысак Л. И., ЖТФ, **19**, 258 (1949).
7. Лысак Л. И., в Сб. «Вопросы физики металлов и металловедения», № 3.— Изд АН УССР, Киев, 1953.
8. Курдюмов Г. В., Лысак Л. И., ЖТФ, **16**, 1307 (1946).
9. Лысак Л. И., в Сб. «Вопросы физики металлов и металловедения», № 2.—Изд АН УССР, Киев, 1950.
10. Лысак Л. И., в Сб. «Вопросы физики металлов и металловедения», № 3.— Изд АН УССР, Киев, 1952.
11. Курдюмов Г. В., Лысак Л. И., ЖТФ, **17**, 993 (1947).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

С. М. НИКОЛАЕВА и Я. С. УМАНСКИЙ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИЧЕСКИХ ТЕМПЕРАТУР И ИСКАЖЕНИЙ РЕШЕТКИ В НЕКОТОРЫХ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ И ТВЕРДЫХ РАСТВОРАХ НА ИХ ОСНОВЕ

Один из основных факторов, определяющих сопротивление металлов сплавов деформации и разрушению, особенно при высоких температурах,— прочность межатомных связей в кристаллах.

Мерой этой прочности, как известно, может служить характеристическая температура, так как величина силы межатомной связи f пропорциональна квадрату характеристической температуры θ:

$$f \approx m\theta^2, \qquad (1)$$

где m — масса атома.

Рентгенографическое определение характеристической температуры — наиболее приемлемый метод для хрупких материалов, упругие модули которых трудно измерить.

В задачу настоящего исследования входило определение характеристической температуры хрупких тугоплавких металлических соединений типа NiAl (CoAl и NiAl) и TiC и твердых растворов на их основе, а также сравнительная оценка величин статических и динамических искажений в кристаллической решетке твердых растворов, образующихся по типу замещения (в случае растворения Co (Ni) в CoAl (NiAl)) и по типу вычитания (в случае растворения Al в CoAl и NiAl и при дефиците углерода в карбиде титана).

Выбор нами сплавов Co-Al, Ni-Al и Ti-C, помимо их практической важности, был сделан еще и потому, что на этих сплавах можно выяснить, как изменяются силы связи и величина статических искажений с изменением типа твердого раствора и какое влияние оказывают оба фактора на твердость этих соединений.

Исследовались сплавы Co-Al двух составов (50 и 55 $\%_{ат}$ Co), сплавы Ni-Al трех составов (45,5, 50 и 60 $\%_{ат}$ Ni) и сплавы Ti-C двух составов (50 и 50 $\%_{ат}$ C)*.

Сплавы Co-Al и Ni-Al были изготовлены спеканием в печи ТВВ-2 под вакуумом или в нейтральной атмосфере (под аргоном).

Карбид титана стехиометрического состава был получен путем карбонизации металлического титана в вакууме. Малоуглеродистый образец карбида титана был получен путем химического выделения из титановых слитков, выплавленных в графитовых тиглях под аргоном.

Характеристические температуры определялись методом измерения относительных интенсивностей рентгеновских интерференций при разных температурах, успешно применяемым в последнее время в работах А. В. Курдюмова и В. И. Ивероновой с сотрудниками [1, 2]. Съемка рентгенограмм производилась при трех температурах: 110, 295 и 473° K в излучении Mo-K.

* В исследовании сплавов Ti-C принимал участие А. И. Литвинцев.

Образцы для съемки готовились дроблением спеченных брикетов в ме таллической ступке. Полученные порошки отжигались в эвакуированны кварцевых ампулах при температуре 750—900° в течение часа для снятия остаточных напряжений II и III родов с последующим рентгенографи ческим контролем.

С каждого образца были получены от трех до восьми рентгенограм при разных температурах. Все рентгенограммы фотометрировались ви зуально на микрофотометре МФ-4. Сравнивались интегральные интенсив ности линий $(200)_\alpha$ и $(510)_\alpha$ на рентгенограммах сплавов Co-Al и Ni-Al и линии $(400)_\alpha$ и $(842)_\alpha$ на рентгенограммах сплавов Ti-C.

Характеристическая температура определялась из соотношения

$$\psi(\theta, T_1, T_2) = \frac{1}{\theta}\left[\frac{\Phi(\theta/T_1)}{\theta/T_1} - \frac{\Phi(\theta/T_3)}{\theta/T_2}\right] = B \ln \frac{\gamma_1}{\gamma_2}, \qquad (2$$

где

$$B = \frac{ma^2k}{3h^2(\Sigma l_2^2 - \Sigma l_1^2)},$$

$\Phi(\vartheta/T)$ — функция Дебая, γ_1/γ_2 — отношения интенсивностей одной и той же пары линий $(h_1k_1l_1)$ и $(h_2k_2l_2)$ при температурах T_1 и T_2, m — приведенная масса сплава, h — постоянная Планка, k — постоянная Больцмана, a — период решетки.

Величины γ_1 и γ_2 определялись экспериментально.

По вычисленному значению функции $\psi(\theta, T_1, T_2)$ графически определялась характеристическая температура.

Значения характеристической температуры, полученные из опытов в двух температурных интервалах (110 ÷ 295° и 295 ÷ 473° K) имели хорошую сходимость; поэтому за окончательное значение характеристической температуры принималось среднее арифметическое из θ, полученных в разных интервалах температур. Относительная погрешность в определении θ для сплавов Co-Al и Ni-Al составляла 6%, для сплавов Ti-C—12%.

Для оценки сил межатомных связей в исследованных сплавах вычислялась величина $m\theta^2$.

В табл. 1 приведены значения характеристической температуры сплавов и величин $m\theta^2$, а также величины отношений γ_1/γ_2.

Таблица 1

Сплавы	γ_1/γ_2 при $T_1 = 295°$ и $T_2 = 110°$K	γ_1/γ_2 при $T_1 = 473°$ и $T_2 = 295°$K	θ, °K	$m\theta^2 \cdot 10^{18}$, г град^2
Co-Al $_{(50)}$	1,23	1,29	540	17,9
Co-Al $_{(55)}$	1,30	1,37	480	14,7
Ni-Al $_{(45)}$	1,45	1,52	420	10,5
Ni-Al $_{(50)}$	1,28	1,32	500	15,6
Ni-Al $_{(60)}$	1,35	1,41	450	13,4
Ti-C $_{(50)}$	1,09	1,13	1130	40,7
Ti-C $_{(30)}$	1,15	1,23	840	29,6

Средние квадратичные отклонения атомов от положения равновеси при температурах 110, 295 и 473° K вычислялись по формуле:

$$\overline{U_g^2} = \frac{gh^2}{3\pi^2 mk\theta}\left[\frac{\Phi(\theta/T)}{\theta/T} + \frac{1}{4}\right]. \qquad (3$$

Разность $\overline{U_1^2} - \overline{U_2^2}$, характеризующая изменение величины отклонени атомов от положений равновесия при переходе от температуры T_1 к T_2

вычислялась по формуле

$$\overline{U_1^2} - \overline{U_2^2} = \frac{\ln \gamma_1 / \gamma_2}{\frac{4}{3}\pi^2 \frac{\Sigma l_2^2 - \Sigma l_1^2}{a^2}} \qquad (4)$$

без промежуточного определения характеристической температуры.

Величины $\sqrt{\overline{U_g^2}}$, вычисленные для температур 110, 295 и 473° К, и значения $\overline{U_1^2} - \overline{U_2^2}$, вычисленные для двух температурных интервалов 110 ÷ 295° и 295 ÷ 473° К, представлены в табл. 2.

Мы измеряли также величины статических искажений в кристаллических решетках твердых растворов на основе соединений NiAl и TiC.

В качестве образцов с неискаженной кристаллической решеткой мы взяли соединения NiAl и TiC стехиометрического состава.

Для избежания влияния экстинкции на интенсивность передних линий для относительно крупнозернистых образцов применялась съемка с эталоном (алюминиевой фольгой).

Сравнивались отношения интенсивностей линий $(222)_\alpha$ сплавов Ni-Al и $(422)_\alpha$ эталона и линии $(511)_\alpha$ карбида титана с линией $(422)_\alpha$ эталона для идеальной и искаженной решеток.

Интенсивности линий были поправлены с учетом отличия значений ряда множителей для интенсивности линий рентгенограмм исследованных образцов от значений их для образца с неискаженной решеткой. Полученные значения $\sqrt{\overline{U_{ст}^2}}$ приведены в табл. 2.

Таблица 2

Сплавы	$\overline{U_{295°}^2} - \overline{U_{110°}^2}$, Å²	$\overline{U_{473°}^2} - \overline{U_{295°}^2}$, Å²	$\left(\sqrt{\overline{U_g^2}}\right)_{110°}$, Å	$\left(\sqrt{\overline{U_g^2}}\right)_{295°}$, Å	$\left(\sqrt{\overline{U_g^2}}\right)_{473°}$, Å	$\sqrt{\overline{U_{ст}^2}}$, Å	H, кг мм$^{-2}$
Co-Al $_{(50)}$	0,0058	0,0072	0,083	0,112	0,141	—	530
Co-Al $_{(55)}$	0,0074	0,0089	0,089	0,125	0,155	—	470
Ni-Al $_{(45)}$	0,0105	0,0118	0,097	0,141	0,176	0,099	400
Ni-Al$_{(50–52)}$	0,0071	0,0079	0,085	0,122	0,151	—	520
Ni-Al$_{(60)}$	0,0085	0,0097	0,091	0,130	0,162	0,077	370
Ti-C $_{(50)}$	0,0018	0,0025	0,073	0,085	0,098	—	2850
Ti-C $_{(30)}$	0,0029	0,0043	0,076	0,094	0,112	0,116	1950
Ni-Al $_{(50)}$	—	—	—	—	—	—	540
Ni-Al $_{(55)}$	—	—	—	—	—	—	440

Измерялась также микротвердость металлических соединений CoAl и NiAl (результаты испытаний и литературные данные о микротвердости сплавов Ti-C по А. Е. Ковальскому и Т. Г. Макаренко [3] представлены в табл. 2).

Характеристическая температура сплава Co-Al, содержащего 50 %$_{ат}$ Co (540°), оказалась выше, чем сплава с 55 %$_{ат}$ Co (480°). Характеристическая температура сплава Ni-Al, близкого по составу к стехиометрической формуле и содержащего 52 %$_{ат}$ Ni (500°), оказалась выше, чем характеристическая температура крайних сплавов однофазной β-области диаграммы состояния Ni-Al-сплава с максимальным содержанием Ni (60 %$_{ат}$ Ni) (450°) и сплава с максимальным содержанием Al (54,5 %$_{ат}$ Al) (420°).

Характеристическая температура сплава Ti-C, содержащего 49 %$_{ат}$ C (1130°), значительно выше, чем характеристическая температура сплава Ti-C, содержащего около 32 %$_{ат}$ C (840°).

Полученные нами данные об изменении характеристической температуры с изменением концентрации в твердых растворах находятся в хорошем согласии с данными о коэффициентах диффузии Co в сплаве Co-Al (рис. 1).

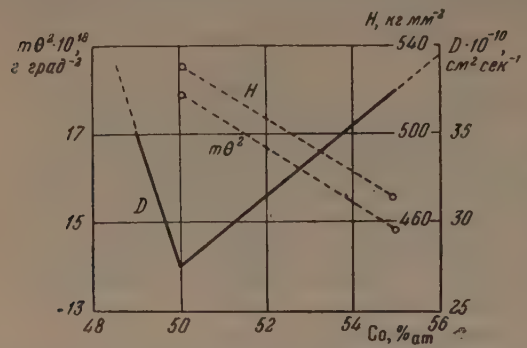


Рис. 1. Зависимости величины $m\theta^2$, коэффициента диффузии D и микротвердости H сплава Co-Al от содержания Co в сплаве.

Результаты вычислений величин средних квадратичных смещений атомов при трех температурах показали, что эти величины растут с температурой для крайних сплавов значительно быстрее, чем для сплавов, близких по составу к идеальным.

Результаты вычислений статических искажений в кристаллической решетке твердых растворов на основе металлического соединения NiAl показывают, что величина $\sqrt{\overline{U^2_{ст}}}$ выше для сплава с избытком алюминия, чем для сплава с избытком никеля (0,099 Å и 0,077 Å соответственно). Полученные нами результаты согласуются с представлением о том, что искажения в кристаллической решетке твердых растворов вычитания значительнее, чем в твердых растворах замещения из-за наличия пустых мест в решетке дефектных структур.

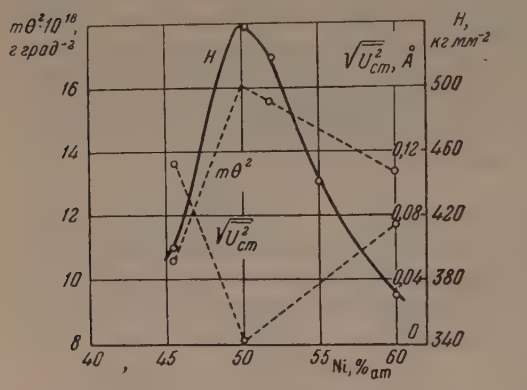


Рис. 2. Зависимости величины $m\theta^2$, микротвердости H и статических искажений в кристаллической решетке ($\sqrt{\overline{U^2_{ст}}}$) сплава Ni-Al от содержания Ni в сплаве

Статические искажения в кристаллической решетке малоуглеродистого карбида титана значительны (0,116 Å).

Кривая зависимости микротвердости сплавов от состава сплавов Ni-Al (рис. 2) имеет максимум, соответствующий сплаву 50 %ат Ni (540 кг мм$^{-2}$). Микротвердости сплавов с избытком никеля (60 %ат Ni) и избытком алюминия (54,5 %ат Al) ниже, чем для сплава стехиометрического состава, и равны соответственно 370 и 400 кг мм^2. Микротвердость сплава Co-Al, содержащего 50 %ат Co, выше микротвердости сплава Co-Al с избытком кобальта (55 %ат Co) (соответственно 530 и 470 кг мм$^{-2}$).

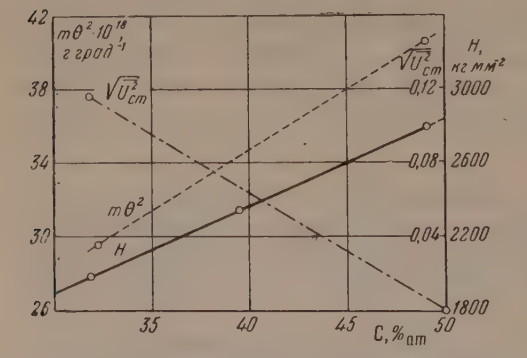


Рис. 3. То же, что на рис. 2, но для карбида титана (TiC)

Микротвердость карбида титана (рис. 3), как показали исследования А. Е. Ковальского и Т. Г. Макаренко, растет линейно с увеличением содержания углерода и максимальна для TiC идеального состава.

Выводы

На основании полученных результатов можно сделать следующие выводы.

1. Растворение как никеля (кобальта), так и алюминия в металлических соединениях NiAl и CoAl приводит к уменьшению характеристической температуры (а следовательно, и к уменьшению сил межатомной связи), к увеличению статических искажений и к снижению микротвердости сплавов. Наблюдаемые эффекты более значительны для твердого раствора типа вычитания, чем для твердых растворов типа замещения (рис. 1 и 2).

2. Силы межатомной связи в кристаллической решетке карбида титана, содержащего около 50% ат углерода, значительны. Дефицит атомов углерода в решетке карбида титана приводит к уменьшению характеристической температуры (а следовательно, и к уменьшению сил межатомной связи), к увеличению статических искажений и к снижению микротвердости сплавов (рис. 3).

3. Из сопоставления характера изменения статических искажений и величин микротвердости можно заключить, что химические искажения (статические искажения, связанные с образованием твердого раствора) в случае исследуемых нами сплавов не могут сильно увеличить сопротивление пластической деформации, поскольку влияние химических искажений резко перекрывается влиянием сил межатомных связей.

4. Из сравнения величин микротвердости сплавов с избытком алюминия или никеля с величиной статических искажений можно заключить, что искажения кристаллической решетки в твердом растворе вычитания оказывают большее влияние на величину микротвердости сплава, чем искажения, обусловленные замещением атомов в кристаллической решетке твердого раствора замещения.

Московский институт стали
им. И. В. Сталина

Цитированная литература

1. Ильина В. А., Крицкая В. К., Курдюмов Г. В., в Сб. «Проблемы металловедения и физики металлов», № 3, стр. 95.—Металлургиздат, М., 1952.
2. Безносикова А. В. и Иверонова В. И., ЖТФ, 20, 666 (1950).
3. Ковальский А. Е. и Макаренко Т. Г., в Сб. «Микротвердость», стр. 197.— Изд. АН СССР, М.— Л., 1951.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

Б. М. РОВИНСКИЙ и В. Г. ЛЮТЦАУ

СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ В ЧИСТЫХ МЕТАЛЛАХ В ПРОЦЕССЕ РЕЛАКСАЦИИ НАПРЯЖЕНИЙ

Ранее одним из авторов было показано [1], что релаксация напряжений в чистых металлах при комнатной температуре обусловлена в основном «самопроизвольно» протекающими процессами трансляционного характера. Экспериментальная проверка этого положения была выполнена нами рентгеноструктурным методом [2]. Были исследованы структурные изменения в алюминии в процессе релаксации напряжений. Они оказались в общем аналогичными изменениям, наблюдаемым при упругой [3] и при обычной пластической деформации [4]. Однако вследствие принципиального характера положений, вытекающих из работы [1], мы попытались детальнее проанализировать структурные изменения в чистых металлах в процессе релаксации напряжений в условиях линейного напряженного состояния

Описание опытов

В данной работе в общем была сохранена описанная ранее методика исследования [2]. В основу ее был положен метод обратных рентгеносъемок крупнозернистого металла. Однако разрешающая способность установки была значительно повышена путем использования коллимационного устройства в виде узких крестообразных и радиальных щелевых устройств. Ширина крестообразных щелей была 0,02 мм при длине 3,0 мм, а ширина радиальной щели — 0,01 мм при длине 2,5 мм. Расстояние от щелевого устройства до образца — 120 мм, расстояние от образца до пленки — 240 мм. Пленка закладывалась в плоскую кассету, устанавливаемую нормально к отраженному пучку лучей. Рентгеносъемки производились на ионной трубке с сильно размытым фокусным пятном с излучением от медного анода. Исследовались отражения от систем плоскостей (511) и (333) алюминия и (420) меди: $\theta_{Al} = 81°16'$ и $\theta_{Cu} = 72°17'$ (K_{α_1}).

Требуемый размер кристаллического зерна получался благодаря термической обработке образцов в вакуумной печи. Структура контролировалась металлографическим и рентгеновским методами.

Подготовленные для исследования образцы из чистых алюминия (99,99%) и меди (99,92%) закреплялись в специальных релаксационных устройствах, которые устанавливались на скамью рентгеновской камеры [2]. Точность установки образца проверялась по воспроизводимости рентгеновской картины при повторной установке релаксационного устройства. Релаксационные опыты проводились при начальной упругой продольной деформации, равной около 0,1%, в продолжение примерно 500 час. Рентгеносъемки производились примерно через каждые сутки или через двое суток, причем первая рентгеносъемка производилась вскоре после нагружения образца. Продолжительность экспозиции каждого снимка — около 4 час. Пленки проявлялись в одинаковых условиях примерно до одинакового почернения фона.

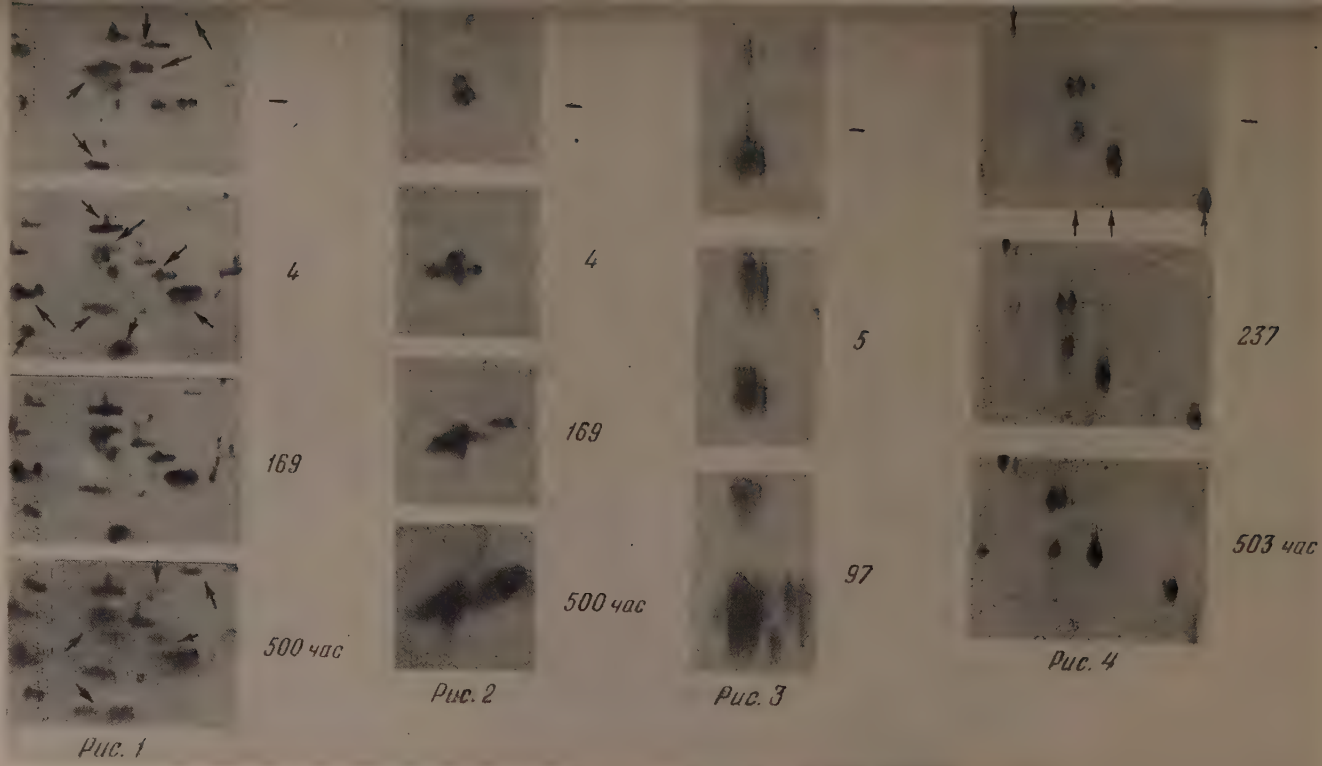


Рис. 1. Рентгенограммы алюминиевого образца в процессе релаксации напряжений. Цифры указывают длительность нагрузки в часах

Рис. 2. Изменение строения крестообразных интерференционных пятен. Деталь рентгенограммы алюминиевого образца в увеличенном виде (увеличение 1,5×)

Рис. 3. Изменение строения щелевых интерференционных пятен на рентгенограммах меди в процессе релаксации напряжений (увеличение 6,3×)

Рис. 4. Изменение взаимного расположения щелевых интерференционных пятен на рентгенограммах меди в процессе релаксации напряжений (увеличение 2×)

Результаты исследования

Характер структурных изменений, возникающих в металле в процессе релаксации напряжений, легко проследить по рентгеновской интерференционной картине. На рис. 1 представлена серия репродукций с одного и того же участка рентгенограмм алюминиевого образца в процессе релаксации напряжений. Рентгенограммы (рис. 1, см. вклейку *III*) получены с крестообразной диафрагмой. Верхняя рентгенограмма получена с исходного, ненапряженного образца; последующие — с первоначально упругодеформированного образца через 4 час, через 169 и 500 час после начала испытания.

Уже на второй сверху рентгенограмме — через 4 час после начала испытания — заметны существенные изменения. Интерференционные пятна, помеченные на верхней рентгенограмме стрелками, либо вовсе исчезли после нагружения образца, либо оказались сильно ослабленными. Указанное явление обусловлено, как это установлено было раньше [2, 3], повышением совершенства кристаллитов при нагружении в упругой области. В последующем эти интерференционные пятна вновь появляются на рентгенограммах. Все они помечены на последней рентгенограмме снизу.

В процессе релаксации напряжений отчетливо изменяется строение и появляются новые пятна. Помеченные стрелками пятна на второй сверху рентгенограмме постепенно изменяются: увеличиваются их интенсивность и ширина составляющих эти пятна вертикальных и горизонтальных полосок, увеличивается число и размытость полосок, увеличивается расстояние между ними.

Изменения аналогичного характера в строении крестообразных интерференционных пятен описаны в работе [5]. При небольшой пластической деформации пятна на рентгенограммах изменяются точно таким же образом, как это указано выше. Эти изменения вызываются дроблением кристаллических зерен на более мелкие структурные элементы (блоки, фрагменты) и постепенной их разориентировкой — увеличением угла мозаичности.

Общий характер изменения строения пятен лучше виден на рис. 2 (см. ту же вклейку), на котором представлены в увеличенном виде репродукции небольшого участка рентгенограмм. Пятно слева на рис. 2 имеет уже на первой верхней рентгенограмме довольно сложное строение. Это указывает, что кристаллит, отражением от которого является этот рефлекс, сложен по меньшей мере из нескольких фрагментов, взаимно повернутых на небольшие углы ($<1'$). В процессе релаксации напряжений рефлекс этот постепенно размывается, усложняется его строение. На нижней рентгенограмме отчетливо видно, что пятно состоит уже из ряда размытых вертикальных и горизонтальных полосок. Площадь пятна и его интегральная интенсивность значительно больше первоначальных. Пятно справа на рис. 2 сходно по виду, но с относительно более резким процессом дробления и увеличения мозаичности кристаллита.

Изменения на рентгенограммах медных образцов в процессе релаксации напряжений в общем подобны описанным выше изменениям на рентгенограммах алюминия. На рис. 3 представлены репродукции небольшого участка рентгенограмм медного образца. Эти рентгенограммы были получены путем съемок с радиальной щелью. Верхняя рентгенограмма получена с исходного ненагруженного образца, а последующие через 5 и 97 час после начала испытания.

На рис. 3 показано усложнение субструктуры кристаллита. В процессе релаксации напряжений происходит фрагментация кристаллита, разориентировка элементов его субструктуры. Угол мозаичности в целом при этом возрастает.

Верхнее пятно на рис. 3 (см. ту же вклейку), достаточно интенсивное на второй сверху рентгенограмме, в процессе релаксации напряжений

быстро ослабевает. Процесс этот, по нашему мнению, обусловлен резким поворотом кристаллита. Действительно, наряду с изменением строения интерференционных пятен на рентгенограммах рис. 1, легко установить изменение взаимного их расположения. Более отчетливо изменение взаимного расположения пятен видно на рис. 4 (см. ту же вклейку).

На рис. 4 представлен участок рентгенограммы медного образца: верхняя — исходная и последующие через 237 и через 503 часа после начала испытания. На исходной рентгенограмме стрелкой вверху отмечено пятно, положение которого принято за исходное. По отношению к нему пятна, помеченные стрелками внизу этой же рентгенограммы, в процессе испытания не одинаково смещаются одновременно вверх и налево: так, радиальное смещение снизу вверх правого нижнего рефлекса соответствует повороту отражающего кристаллита на угол 18′, а азимутальное смещение — смещение по интерференционному кольцу отражения от системы плоскостей (420) — повороту примерно на угол 9′.

Элементарный расчет приводит к заключению, что смещение пятен обусловлено, вероятно, качением кристаллитов при их крайне малых взаимных перемещениях в процессе релаксации напряжений в металле.

Выводы

1. В процессе релаксации напряжений в алюминии и в меди возникают необратимые структурные изменения в кристаллитах, подобные изменениям при небольшой пластической деформации.
2. Наряду с изменением внутреннего строения кристаллитов в процессе релаксации напряжений в условиях комнатной температуры изменяются также взаимное их расположение и ориентация.
3. Поворот и взаимное смещение целых кристаллитов обусловлены, вероятно, вязким поведением границ кристаллических зерен.

Институт машиноведения
Академии наук СССР

Цитированная литература

1. Ровинский Б. М., Изв. АН СССР, ОТН, *2*, 67 (1954).
2. Ровинский Б. М., Лютцау В. Г., Изв. АН СССР, ОТН, *11*, 1618 (1954).
3. Ровинский Б. М., ЖТФ, **12**, 679 (1942).
4. Ровинский Б. М., Изв. АН СССР, ОТН, *10*, 64 (1942).
5. Ровинский Б. М., Рыбакова Л. М., см. настоящий номер журнала, стр. 646

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

Р. И. ГАРБЕР, И. А. ГИНДИН, В. С. КОГАН и Б. Г. ЛАЗАРЕВ

РЕНТГЕНОВСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛАСТИЧНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ БЕРИЛЛИЯ

Настоящее исследование проводилось на монокристальных образцах бериллия, вырезанных в виде прямоугольных параллелепипедов, с одной из граней которых совпадала плоскость базиса. Образцы деформировались одноосным сжатием при температурах от —253° (температура жидкого водорода) до 800°. Неподвижные монокристальные образцы снимались в нефильтрованном медном излучении, источником которого служила острофокусная рентгеновская трубка. Выбор излучения был обусловлен тем, что у монокристалла бериллия, ориентированного вдоль пучка гексагональной осью [001] или бинарной осью [120], наиболее сильно отражающие плоскости (101) находятся в положении, близком к положению отражения монохроматической Cu-K_α-линии. Если разброс в ориентациях этих плоскостей, вызванный пластической деформацией монокристалла, превышает 2°, то на лауэграмме появляются дополнительные рефлексы, лежащие на соответствующем дебаевском кольце. Так как такой разброс ориентаций может быть вызван только скольжением, то появление дополнительных рефлексов является признаком этого типа деформации.

Параллельно с рентгеноструктурным исследованием продеформированных монокристаллов бериллия был также проведен металлографический и микроинтерферометрический анализ их поверхности. В результате этих исследований было выяснено, что в широком интервале температур (—196÷800°) при пластической деформации бериллия имеют место как двойникование, так и скольжение. Особенно интенсивно они протекают при температурах выше 400°. При указанной ориентации кристаллографических осей относительно оси сжатия двойникование охватывает весь объем монокристалла, который переходит в состояние, характеризующееся новой ориентацией, симметричной исходной. На монокристаллах других металлов такое явление не наблюдалось. Наличие такой переориентации отчетливо видно по лауэграммам. Снимок, полученный при фотографировании перпендикулярно к передней грани образца после деформирования, показывает, что с этой гранью совпадает грань призмы, а не плоскость базиса, как это имеет место у недеформированного образца.

На рис. 1 (см. вклейку *IV*) приведены лауэграммы продеформированного образца бериллия. Рефлексы на дебаевских кольцах (100) и (101) указывают на то, что в образце имело место интенсивное скольжение. Ориентация продеформированного образца, установленная из сопоставления рентгенограмм с стереографическими проекциями, указана на схеме, помещенной в верхней части рисунка. Рентгенограмма рис. 1, *в* представляет собой наложение двух рентгенограмм рис. 1,*б*, повернутых друг относительно друга на 60°; очевидно, она снята от объема с двумя системами двойников, пересекающихся под углом 60°.

В области, где имеется только одна ориентация полностью сдвойникованного кристалла (рис. 1, *б*), скольжение развивается особенно интенсивно: целые части монокристалла сдвигаются одна относительно другой (рис. 2, *а*). Одновременно с таким сдвигом идет залечи-

вание образовавшихся разрывов, в результате чего прочность образца при статических испытаниях практически не изменяется. На микрошлифе (рис. 2, *б*) видны вдоль плоскостей скольжения отдельные микроразрывы.

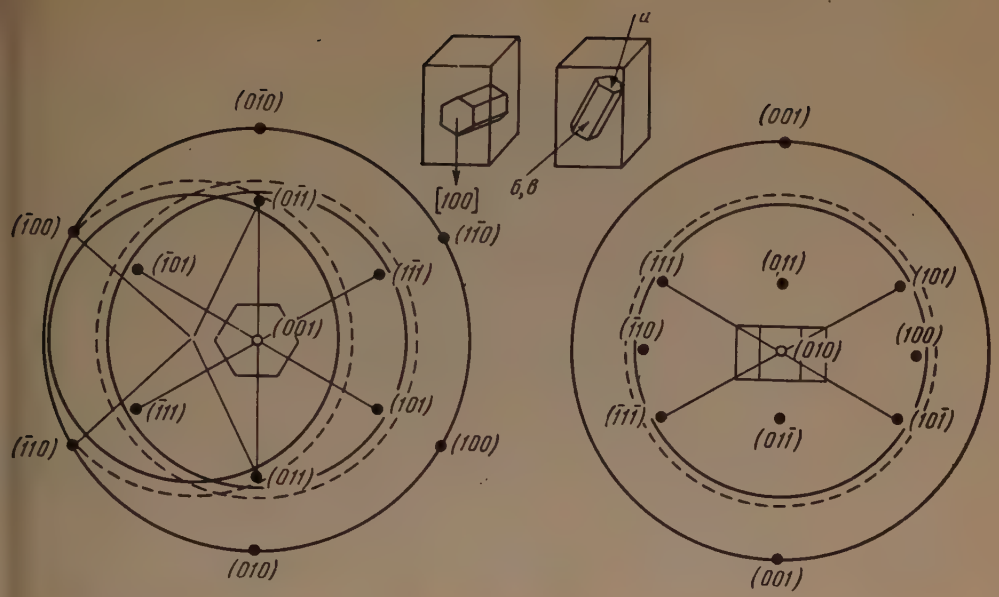
На рентгенограммах рис. 1 видны только рефлексы от Cu-K_α-линии, лауэ-пятна от белого спектра отсутствуют. Это, очевидно, обусловлено тем, что скольжение сопровождается дроблением монокристалла на отдельные блоки, сохраняющие его ориентацию. Деформирование при высокой температуре (600÷800°) вызывает такую дезориентацию образовавшихся блоков, что рентгенограмма принимает вид, характерный для текстурированного поликристаллического образца (рис. 3). На рентгенограммах от образцов, слабо продеформированных при более низких температурах (до 200°), присутствуют как лауэ-пятна, так и рефлексы, соответствующие излучению Cu-K_α (рис. 4), и отличающиеся от лауэ-пятен тем, что при небольшом повороте образца они не смещаются, оставаясь на соответствующих дебаевских кольцах.

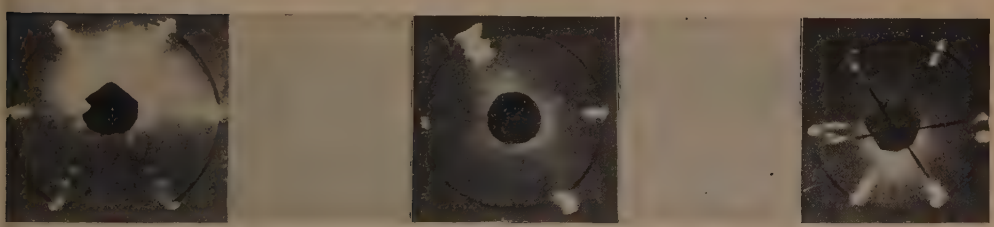
Кристаллографические элементы пластичности бериллия и температурные области их проявления

Ориентация монокристалла	Характер пластичности и ее элементы						
	механическое двойникование			полная переориентация; плоскость симметрии (102)	скольжение		
	(101)	(102) [211]	(103)		(001) [100]	(001) [210]	(100), (101) [010]
Бинарная ось [100] перпендикулярна к оси сжатия	—	—253÷800°	—	400° и выше	—	400÷800° в сдвойникованной области	200÷800° в исходном монокристалле
Бинарная ось [100] параллельна оси сжатия	400° и выше	—253÷800°	400° и выше	Комнатная температура и выше	—196÷800° в сдвойникованной области	—	—

Характер рефлексов от Cu-K_α-излучения зависит от плоскости скольжения и направления скольжения в продеформированном кристалле. Сопоставление данных рентгеноструктурного анализа и металлографических исследований позволило установить кристаллографические элементы пластичности бериллия и температурные области их проявления (см. таблицу).

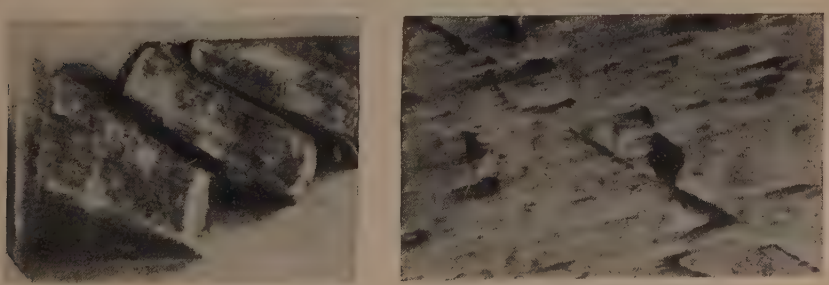
Физико-технический институт
Академии наук УССР





а б в

Рис. 1. Лауэграммы бериллия: *а* — до деформирования, *б* — перпендикулярно к передней грани образца после деформирования, *в* — наложение двух лауэграмм *б*, повернутых одна относительно другой на 60°. Вверху даны соответствующие стереографические проекции и схемы ориентировки кристаллов



а б

Рис. 2. Микрофотографии монокристалла бериллия: *а* — сдвиги частей монокристалла, *б* — микроразрывы вдоль плоскостей скольжения

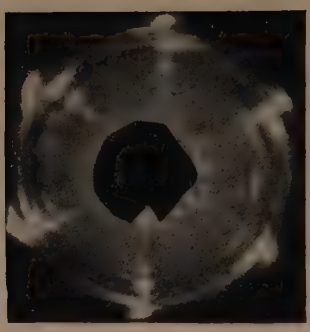


Рис. 3. Рентгенограмма образца, деформированного при высокой температуре (600 ÷ 800°)

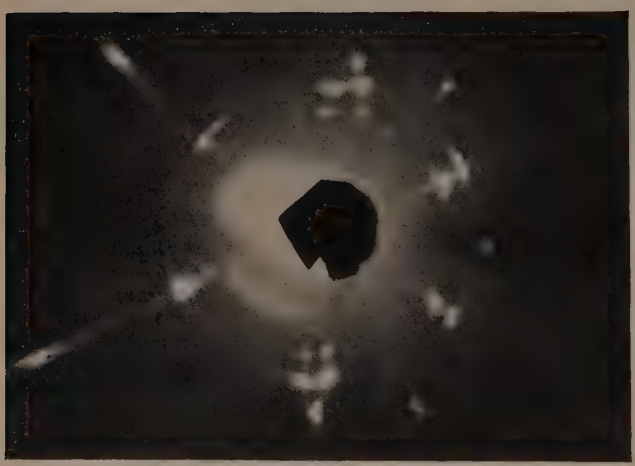


Рис. 4. Рентгенограмма образца, слабо продеформированного при температурах до 200°

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

В. П. МОИСЕЕВ и О. С. ПОПОВА

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ ОСАДКАХ НИКЕЛЯ

Настоящая работа представляет собой часть исследований, связанных с изучением природы электролитических осадков с неявно кристаллическим строением, проводимых в лаборатории строения поверхностных слоев ИФХ АН СССР под руководством К. М. Горбуновой.

К таким осадкам относятся электролитические хром, никель, марганец, рений и др. Изучение строения и свойств осадков такого типа представляет интерес для выяснения механизма их образования — необходимой основы рационального регулирования технических процессов их получения.

Общим для всех осадков этого типа является наличие в них больших внутренних напряжений, сопровождающихся искажением кристаллической решетки.

В литературе опубликовано большое число работ, посвященных вопросу о напряжениях в электролитических осадках и анализу причин их возникновения [1—15]. В ряде работ [6—9, 15] напряжения в электроосадках изучались методом гибкого катода. Этот метод дает возможность определять суммарное действие напряжений I рода (макронапряжения), развивающихся в осадке при его формировании в процессе электролиза. Однако этот метод не может дать представлений о микронапряжениях, а также структурных превращениях, протекающих в процессе электрокристаллизации. Хотя в ряде работ имеются и данные рентгеновского исследования внутренних напряжений, однако количественной характеристике напряженного состояния в них уделено недостаточное внимание. Главное внимание в этих исследованиях уделялось вопросу превращений в процессе электролиза и в процессе последующего нагрева электроосадков при различных температурах [2, 5, 10—13].

В настоящей работе делается попытка, используя количественные данные, подойти ближе к вопросу происхождения внутренних напряжений при электрокристаллизации никеля.

1. Методика исследования

Исследованию подвергались матовые осадки никеля, полученные из ванны, содержащей: 140 г. $л^{-1}$ $NiSO_4 \cdot 7H_2O$, 30 г. $л^{-1}$ H_3BO_3, 3 г. $л^{-1}$ NaCl, 3 г.$л^{-1}$ NaF, и блестящие осадки из той же ванны, но с добавкой 2,6- или 2,7-дисульфонафталиновой кислоты (4 г. $л^{-1}$). Плотность тока на катоде равнялась 1А $дм^{-2}$, толщина осадков — 20 μ.

Осадки изучались тремя методами: 1) в качестве основного метода применялся рентгенографический, допускавший раздельное определение величин макронапряжений и их распределение в объеме образца, а также искажений кристаллической решетки и структурных превращений при различных температурах нагрева; кроме того, определялась текстура осадков; 2) для определения суммарного действия остаточных макронапряжений в процессе электролиза использовался метод гибкого катода; 3) для характеристики содержания в осадке газа и скорости его выделе-

ния при различных температурах использовался метод вакуумного прогрева.

Исследование внутренних напряжений I рода производилось в излучении Cu-K_α в камере обратной съемки (КРОС) при режиме $U=30$ kV, $I=10$ mA и продолжительности экспозиции 10 час. При съемке был использован коллиматор диаметром 0,6 мм и соблюдалась фокусировка на линию (420) никеля. Эталоном служила серебряная фольга, предварительно отожженная в вакууме при 350° в течение 1 час (толщина эталона 0,23 и 0,12 мм). Расстояние от образца до пленки составляло 112 и 120 мм.

Для определения внутренних напряжений I рода была использована методика расчета, разработанная Г. В. Курдюмовым с сотрудниками [16—18]. Согласно этой методике для определения напряженного состояния в электроосадках необходимо произвести четыре снимка с тем, чтобы по одной, заведомо известной главной оси напряжений определить две другие главные оси и величину напряжений. Для вращения образца был сконструирован специальный держатель, позволяющий изменять азимутальные углы χ в пределах $0 \div 360°$ и широтные углы ψ в пределах $0 \div 180°$. За главную ось напряжений в осадке принималось направление, перпендикулярное к поверхности осадка. Это же направление являлось также одной из главных осей деформаций.

Съемка образцов производилась на вращающуюся пленку. Диаметр колец линий K_{α_1} от плоскости (420) в случае никеля и (511) в случае серебра промерялся на компараторе и из пяти измерений бралось среднее. Точность этого метода в наших исследованиях оказалась порядка 8—10%.

Методом гибкого катода были исследованы напряжения в осадках никеля толщиной $0,1 \div 3,5$ μ. Осадки получались на медных пластинках размером $0,048 \times 6 \times 60$ мм, изолированных клеем БФ-2 с одной стороны. В специальных опытах было установлено, что присутствие этого клея в ванне не сказывается на величине напряженности и структуре.

Определение водорода, выделяющегося при нагреве из образцов, производилось в вакуумной установке при последовательном нагреве до температур 50, 100, 150, 250, 35, 550°.

2. Результаты исследования

Результаты исследования напряжений в электроосадках никеля методом гибкого катода представлены на рис. 1. Они показывают, что в блестящих осадках никеля в первую стадию электролиза действуют значительные сжимающие усилия, быстро затем уменьшающиеся; при толщине осадка 0,1—0,2 μ напряжения меняют знак на обратный. При дальнейшем увеличении толщины осадка напряжения растяжения возрастают по величине, достигая своего наибольшего значения (порядка 35—40 кг мм$^{-2}$) в интервале толщин $1,5 \div 3,5$ μ, после чего происходит их незначительное снижение.

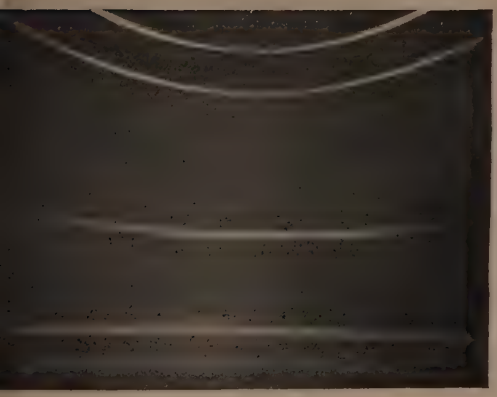
В матовых осадках никеля в первый момент электролиза действуют значительные растягивающие усилия, которые с увеличением толщины осадка в пределах $0,1 \div 0,5$ μ резко убывают, оставаясь затем постоянными в пределах точности измерения.

Содержание водорода в этих осадках, определенное методом вакуумного прогрева при различных температурах, представлено на рис. 2. Общее количество газа, выделившееся из образца при нагреве до 550°, принято за 100 %. Из кривых рис. 2 видно, что в блестящих осадках никеля при комнатной температуре на единицу объема металла приходится 8,3 единицы объема водорода, тогда как в матовых осадках никеля на один объем металла приходится всего лишь 2,2 объема водорода.

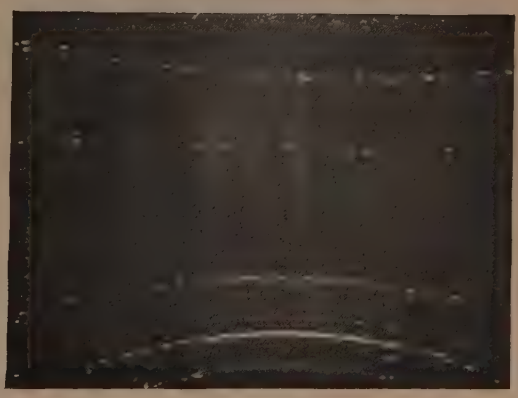
Данные рентгенографического исследования напряжений (деформаций) представлены на рис. 3. Из него видно, что все исследованные осадки никеля, как матовые, так и блестящие, находятся в объемно-напряженном

а

б



в



г

Рис. 4. Текстурдиаграммы электролитических осадков никеля: *а* — матового без нагрева, *б* — матового после прогрева до 550°, *в* — блестящего без нагрева, *г* — блестящего после нагрева до 550°

остоянии растяжения. Величина внутренних напряжений (деформаций) рода и искажения кристаллической решетки в блестящих осадках (непосредственно после извлечения их из ванны) достигают столь больших начений, что отражения (420) уловить не удается. В матовых осадках величина деформаций несколько меньше, чем в блестящих. Во всех образцах внутренние напряжения (деформации) обна-

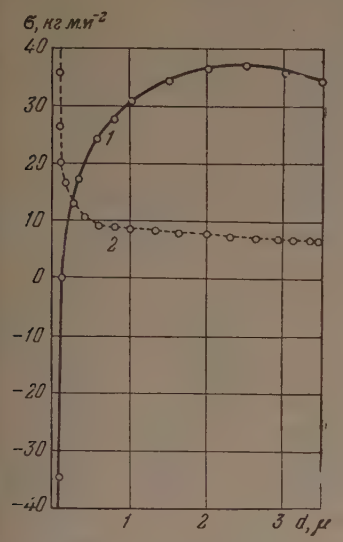


Рис. 1. Зависимость напряжений в электролитических осадках никеля от толщины осадка: *1* — блестящий осадок, *2* — матовый осадок

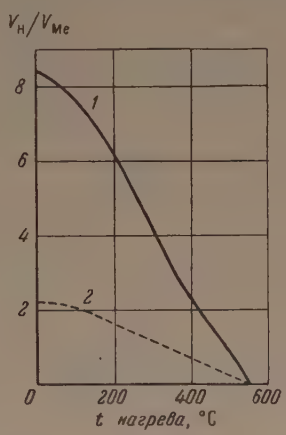


Рис. 2. Зависимость содержания водорода в осадках никеля от температуры нагрева. (Обозначения кривых те же, что на рис. 1)

живают анизотропию, которая резче выражена у матовых осадков: в лоскости осадка действуют равные по величине напряжения (равные формации ε_x и ε_y); значительно меньшими оказываются напряжения еформации ε_z) в направлении, перпендикулярном к поверхности осад-. Эллипсоид деформаций растянут в плоскости осадка больше, чем в правлении, перпендикулярном к поверхности осадка.

Расширение линий, а также снижение их интенсивности указывает на личие микронапряжений и искажений кристаллической решетки. Эти кажения с повышением температуры при нагреве уменьшаются, однако

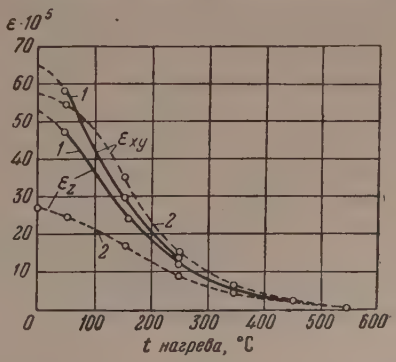


Рис. 3. Зависимость деформаций кристаллической решетки в осадках никеля от температуры нагрева: ε_{xy} — деформация в плоскости осадка, ε_z — деформация в направлении, перпендикулярном к поверхности осадка. (Обозначения кривых те же, что на рис. 1)

змытие линий сохраняется еще и при 350°. Степень размытия линий висит от угла съемки. Последний факт, повидимому, указывает на анитропию этих искажений. При температуре 550° искажения решетки и утренние напряжения полностью снимаются.

Специальными исследованиями было установлено, что все осадки ния являются текстурированными (рис. 4, см. вклейку *V*), хотя и с разчной степенью совершенства ориентации кристаллитов. В матовых

осадках никеля основная масса кристаллитов ориентируется плоскостью (110) параллельно поверхности осадка, тогда как в блестящих осадках обнаруживается значительно менее совершенная текстура в том же направлении.

Нагрев матовых и блестящих осадков при 550° в течение 1 час (рис. 4, б) несколько дезориентирует их; одновременно увеличивается и размер зерна, причем последнее наиболее характерно для матовых осадков. Отсюда следует, что уменьшение внутренних напряжений и искажений кристаллической решетки в электролитических осадках никеля в основном обусловлено содержанием водорода и других примесей в осадке, а также изменением дисперсности осадка при повышении температуры нагрева. Анизотропия деформаций, повидимому, обусловлена наличием текстуры, а также неравномерным распределением водорода и продуктов электролиза по толщине осадка.

Резкое различие в характере напряженного состояния никелевых осадков толщиной до 0,5 μ, полученных из ванн с добавкой и без добавки дисульфонафталиновой кислоты (блестящий и матовый осадки, рис. 1), по-видимому, связано со специфическим влиянием добавки на процесс формирования осадка в начальный момент электрокристаллизации металла.

Объемно-напряженное состояние растяжений с значительной величиной напряжений в осадках может быть вызвано: а) внедрением водорода в кристаллическую решетку никеля, сопровождающимся образованием твердого раствора с различным по толщине осадка составом; б) внедрением в кристаллическую решетку никеля различных по своей природе примесей (поверхностно-активные добавки, продукты их превращения при электролизе и др.).

Снижение внутренних напряжений и уменьшение искажений кристаллической решетки в осадках с повышением температуры нагрева может быть объяснено частичным распадом твердого раствора водорода, так же как и выделением продуктов электрохимических реакций, сопровождающих процесс образования осадка.

Однако то обстоятельство, что нагрев до температуры 550° полностью снимает внутренние напряжения и искажения кристаллической решетки, указывает, что в этих условиях происходит распад твердого раствора. Несмотря на присутствие в осадке некоторого количества водорода (согласно литературным данным), рентгенографически наше исследование растворенного водорода не обнаружило.

Установленная в настоящем исследовании анизотропия напряжений и искажений кристаллической решетки обусловлена неравномерным распределением в объеме осадка водорода и примесей и связана с явно выраженной текстурой этих осадков (в особенности матовых).

Ввиду отмеченной анизотропии производить расчет величины напряжений, пользуясь известными данными о модуле упругости никеля, вообще говоря, неправильно, так как в этом случае сам модуль упругости, очевидно, будет зависеть от направления; однако, если пренебречь этим обстоятельством и принять значение модуля упругости никеля равным $2 \cdot 10^4$ кг мм$^{-2}$, то можно приближенно оценить величину возникающих в осадке напряжений растяжения. Рассчитанные по данным рентгеновского исследования, представленного на рис. 3, они составляют около 40 кг мм$^{-2}$ у блестящего никеля и 30 кг мм$^{-2}$ у матового.

Интересно указать, что значения напряжений для блестящего никеля, вычисленные из данных магнитных измерений, проведенных в нашей лаборатории Ю. М. Полукаровым, имеют порядок 30—28 кг мм$^{-2}$ для осадков толщиной 20 μ и 33 кг мм$^{-2}$ для осадков толщиной в 4 μ.

Выводы

Дальнейшее развитие представлений о природе напряжений в электролитических осадках может быть сделано на основе данных, проводимых

ь нашей лаборатории исследований, устанавливающих связь напряжен-
ного состояния электроосадков с их вторичной структурой (искажения,
текстура и др.), а также с их толщиной, природой металла подслоя и дру-
гими условиями электролиза.

1. Проведенное рентгенографическим методом исследование электро-
литических осадков никеля показало, что они находятся в объемно-напря-
женном состоянии растяжения, причем величина напряжений различна
в направлении, перпендикулярном к поверхности, и направлении, парал-
лельном ей.

2. Более отчетливо выраженная анизотропия напряжений в матовых
осадках может быть связана с установленной в этих осадках более совер-
шенной текстурой.

3. При нагреве осадков происходит снятие внутренних напряжений и
искажений кристаллической решетки с одновременным уменьшением
содержания в них водорода; при температуре 550—600° напряжения пол-
ностью снимаются.

4. Нагрев матовых и блестящих осадков приводит к укрупнению зерна
и уменьшению степени совершенства текстуры, причем для матовых осад-
ков этот процесс выражен сильнее.

5. Результаты настоящего исследования находятся в согласии с выска-
занным в более ранних работах нашей лаборатории предположением об
образовании твердого раствора внедрения с неравномерным распреде-
лением водорода по глубине осадка.

6. Исследование дает дополнительный материал для решения вопроса
о происхождении текстуры в электролитических осадках никеля и ее
связи с напряженным состоянием этих осадков.

Пользуемся случаем выразить благодарность Б. М. Ровинскому, лю-
безно обсудившему с нами первую серию результатов наших исследований
и давшему нам ряд ценных указаний по методике рентгенографического
исследования.

Институт физической химии
Академии наук СССР

Цитированная литература

1. Палатник Л. С., Генштейн Э. Л., Луков И. Б., ЖТФ, **10**, 1756 (1940).
2. Красников А., ЖЭТФ, **14**, 285 (1944).
3. Красников А., Изв. АН СССР, ОТН, 133 (1946).
4. Баймаков Ю. В., Евланников Л. М., ЖФХ, **25**, 483 (1951).
5. Баймаков Ю. В., Электрометаллургия цветных металлов, Ленингр. полит. ин-т им. М. И. Калинина, *6*, 57 (1953).
6. Ваграмян А. Т., Царева Ю. С., ДАН СССР, **98**, *5*, 807 (1954).
7. Ваграмян А. Т., Царева Ю. С., Салохина В. Г., Кудрявцев Н. Т., ЖФХ, **29**, 166 (1955).
8. Ваграмян А. Т., Царева Ю. С., ЖФХ, **29**, 185 (1955).
9. Иоффе В. С., Успехи химии, **13**, 48 (1944).
10. Kersten M., ZS f. Phys., **71**, 553 (1931).
11. Levi G. R., Gabet M., Atti Academia nazionale dei Lincei, **17**, 647 (1933).
12. Portevin A., Chaudron G., Moreau L., C. R., **204**, 1252 (1937).
13. Wood W. A., Phil. Mag., **24**, *2*, 511 (1937); **23**, *1*, 984 (1937).
14. Murbach H., Wilman H., Proc. Phys. Soc., **66**, 805 (1953).
15. Kusher J. B., Plating, **41**, 1146 (1954).
16. Ромберг В., ЖТФ, **7**, 1728 (1937).
17. Желдак М. П., Курдюмов Г. В., ЖТФ, **7**, 1719 (1937).
18. Желдак М. П., Курдюмов Г. В., Ромберг В., ЖТФ, **8**, 1736 (1937).
19. Горбунова К. М., Шишаков Н. А., Изв. АН СССР, Серия физич., **17**, 242 (1953).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 195

Б. М. РОВИНСКИЙ и Л. М. РЫБАКОВА

ИЗМЕНЕНИЕ СУБСТРУКТУРЫ АЛЮМИНИЯ ПРИ НЕБОЛЬШОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ПРИ ПОЛЗУЧЕСТИ

Кристаллиты в рекристаллизованном металле представляют собой сочленение небольшого количества фрагментов и блоков, взаимно повернутых на небольшие углы [1, 2]. Мозаика, образуемая этими структурными элементами, изменяется при приложении к металлическому телу нагрузки [3—7]. При этом на характер изменения строения кристаллитов, повидимому, влияют условия деформирования тела. В настоящем сообщении приводятся результаты детального качественного анализа изменения строения кристаллитов или субструктуры чистого алюминия при небольшой остаточной деформации в условиях простого растяжения и ползучести при комнатной температуре.

1. Исследовался алюминий чистоты 99,99 %. Из предварительно прокованного прутка литого алюминия изготовлялись испытательные образцы ϕ 8 мм и расчетной длиной 30 мм. Образцы с резьбовыми головками после изготовления подвергались отжигу в вакууме при 500° в течение 1 час. Исследование субструктуры производилось в устройстве для небольшого растяжения образца непосредственно на столике разборной ионной рентгеновской трубки. Образец ввинчивался одним концом в дно стального цилиндрического стакана с боковыми пазами, другим — в подвижный захват. На этот захват навинчивалась шаровая гайка, которая при соприкосновении с торцом цилиндрического стакана перемещала подвижный захват с ввинченным в него образцом и растягивала образец. Два паза с входящими в них шпонками не позволяли захвату поворачиваться, предотвращая таким образом скручивание образца при его растяжении. Цилиндрический стакан вместе с захватами и образцом устанавливался на три вертикальные шпильки в подставке, которая могла перемещаться на направляющей скамье. При помощи подъемного винта осуществлялось вертикальное перемещение устройства по направляющим шпилькам. После установки в нужное положение подставка закреплялась. Наводка образца на рентгеновский пучок производилась при помощи подъемного винта. После наводки устройство могло быть снято со шпилек подставки, но при новой его установке на подставку рентгеновская картина полностью воспроизводилась.

Деформация образца, осуществляемая поворотом гайки с мелкой резьбой, определялась непосредственно на расчетной длине. Вначале деформация от 0,19 % увеличивалась на 0,01 %, а затем, начиная с 0,3 до 1 %,— на 0,1—0,2 %. После каждой ступени деформации производилась рентгеносъемка образца.

Описанное устройство было использовано затем для растяжения образца в условиях ползучести при комнатной температуре. Для этого в захват ввинчивался стержень, на который через рычаг с плечом 1 : 5 передавалась постоянная нагрузка. Захват свободно скользил в пазах, позволяя образцу удлиняться под действием приложенной нагрузки. Испытания на ползучесть производились в течение около 700 час при

напряжениях 1 и 2 кг мм$^{-2}$ и соответственно деформациях до 0,23 и 0,71 %.

Изменение субструктуры алюминия при пластической деформации и при ползучести исследовалось по интерференционным пятнам на рентгенограммах. Рентгеносъемки производились с коллимационным устройством в виде двух взаимно перпендикулярных щелей шириной 0,04 мм при длине 4,0 мм [1].

Рентгенограммы получались по методу обратной съемки при расстоянии от образца до пленки около 195 мм на трубке с кобальтовым анодом с сильно размытым фокусом около 5,0×2,5 мм. Щелевое устройство было установлено на расстоянии около 200 мм от образца и около 30 мм от анода.

Рентгеносъемки производились с одного и того же участка поверхности, для чего на образцы наклеивались тонкие свинцовые пластинки с прямоугольными вырезами 3×5 мм. Пленки проявлялись в одинаковых условиях и имели примерно одинаковое почернение фона. После проявления второй слой эмульсии на пленках удалялся. Исследовались пятна, полученные отражением от системы плоскостей (420) алюминия под углом θ, равным 81°40′.

Малая ширина щелей и большое расстояние от образца до пленки обеспечили высокое разрешение — около 1′. Следует отметить, что при обычно применяемых способах съемки разрешение колеблется в пределах от 30′ до нескольких градусов.

2. На рентгенограммах отожженного алюминиевого образца были обнаружены простые и сложные по строению интерференционные пятна, подобные наблюдавшимся ранее [1]. При пластической деформации и ползучести картина интерференционных пятен на рентгенограммах изменяется.

На рис. 1 (см. вклейку *VI*) представлена типичная картина изменения строения интерференционных пятен на рентгенограммах поликристаллического алюминиевого образца при простом растяжении.

Интерференционная картина пятна *№ 1* недеформированного алюминиевого кристаллита состоит из двух тонких малоинтенсивных горизонтальных и пересекающихся с ними двух вертикальных полосок. Горизонтальные полоски находятся друг от друга на расстоянии около 0,3 мм. Последнее свидетельствует о том, что рассматриваемый кристаллит состоит из двух блоков, повернутых друг относительно друга примерно на 5′. При относительной деформации образца 0,19 % интерференционное пятно становится сплошным и более интенсивным, что свидетельствует о дроблении кристаллита. Угол мозаичности при этом почти не изменился вследствие того, что в упругой области он уменьшился, а в пластической области он достиг лишь примерно первоначальной величины [3]. Интерференционное пятно до деформации и после деформации на 0,19 % имеет неравномерное распределение интенсивности по длине — слева направо интенсивность пятна уменьшается. При 0,20 % деформации распределение интенсивности по длине пятна стало равномерным. При дальнейшем увеличении общей деформации образца интерференционное пятно расширяется, интенсивность по краям становится заметно слабее, а интегральная интенсивность увеличивается. При 0,23 % пятно разделяется на полосы. При дальнейшей деформации число полос растет, увеличивается расстояние между ними и увеличивается общее размытие пятна. Угол мозаичности достигает при 0,29 % деформации 25÷30′, а интенсивность оказывается при этом меньше, чем при 0,23 % деформации. Уменьшение интенсивности обусловлено тем, что истинный угол мозаичности, вероятно, больше возможного угла отражения, определяемого геометрией установки.

Картина изменения интерференционного пятна *№ 1* наглядно свидетельствует о дроблении кристаллита на фрагменты и блоки, угол поворота

между которыми достигает долей или во всяком случае не больше 1—2′, а общий угол мозаичности — около 0°,5′.

Интерференционная картина пятна *№ 2* аналогична картине пятна *№ 1*. На рентгенограмме видны отражения двух, повидимому, отдельных кристаллитов, каждый из которых имеет сложное строение. Верхний кристаллит состоит из двух несложных фрагментов или блоков с углом поворота между ними около 5′, а нижний — из нескольких блоков, угол поворота между которыми меньше 1′, с общим углом мозаичности также около 5′. При относительной деформации 0,19 %, так же как и на картине пятна *№ 1*, происходит поворот элементов структуры внутри зерна. При дальнейшей деформации интерференционные пятна размываются вследствие раздробления кристаллита на блоки и постепенного увеличения угла поворота между ними. Одновременно происходит поворот самих кристаллитов. Первоначально верхнее правое интерференционное пятно в недеформированном алюминии при 0,20 % деформации оказывается на уровне левого и почти сливается с ним, затем оно оказывается ниже левого при 0,23 % и еще больше удаляется от него при 0,34 и 0,48 % деформации. Поворот одного кристаллита относительно другого связан с их взаимным смещением.

Взаимное смещение интерференционных пятен отчетливо видно также на рентгенограммах рис. 2 (пятна помечены стрелками). Изменения интерференционных пятен на рис. 2 также подобны изменениям, описанным выше.

Итак, деформация приводит к дроблению элементов субструктуры кристаллитов и к их дезориентации. Вследствие этого усложняется вид интерференционных пятен. Одновременно в процессе пластической деформации происходят поворот и смещение самих кристаллитов.

3. На рис. 3 и 4 представлена картина изменения интерференционных пятен в процессе ползучести алюминиевого образца. На рис. 3 справа первоначально (до нагрузки) четкое крестообразное интерференционное пятно за 4 час после приложения нагрузки разделилось не менее чем на три полоски, отстоящие одна от другой на 0,15 мм. Кристаллит, таким образом, раздробился на три фрагмента с углом поворота между ними около 2′,5. В процессе испытания с течением времени увеличивается число элементов субструктуры, увеличивается угол поворота между ними и угол мозаичности: после 660 час угол мозаичности не меньше 15′. Изменение интенсивности пятна в процессе испытания также свидетельствует об изменении совершенства кристаллита.

Исчезновение и появление новых пятен на рентгенограммах обусловлено изменением совершенства кристаллитов [3]. Так, на исходной рентгенограмме на рис. 3 видны три интерференционных пятна (два слабых), но после приложения нагрузки слабые интерференционные пятна исчезли. Спустя 4 час их еще не было на рентгенограмме, но с течением времени после 28 и 150 час наблюдается постепенное их появление в размытом виде. Эти пятна становятся особенно заметными после 245 час испытания.

На рис. 4 представлены два отдельных сложных интерференционных пятна. Оба кристаллита, отражениями от которых являются эти пятна, представляют собой сложные образования из ряда взаимно повернутых блоков и фрагментов. В процессе испытания на ползучесть изменяется строение интерференционных пятен, что указывает на изменение ориентировки элементов субструктуры в каждом кристаллите. Пятно *№ 1* появилось на рентгенограмме после приложения нагрузки, а пятно *№ 2* до испытания на ползучесть было широким и очень слабым по интенсивности. После приложения нагрузки пятно *№ 2* стало более узким и более четким. Как пятно *№ 1*, так и *№ 2* увеличивают свою интенсивность в процессе испытания. Это обусловлено уменьшением экстинкции вследствие дробления и некоторой разориентировкой элементов субструктуры кристаллита.

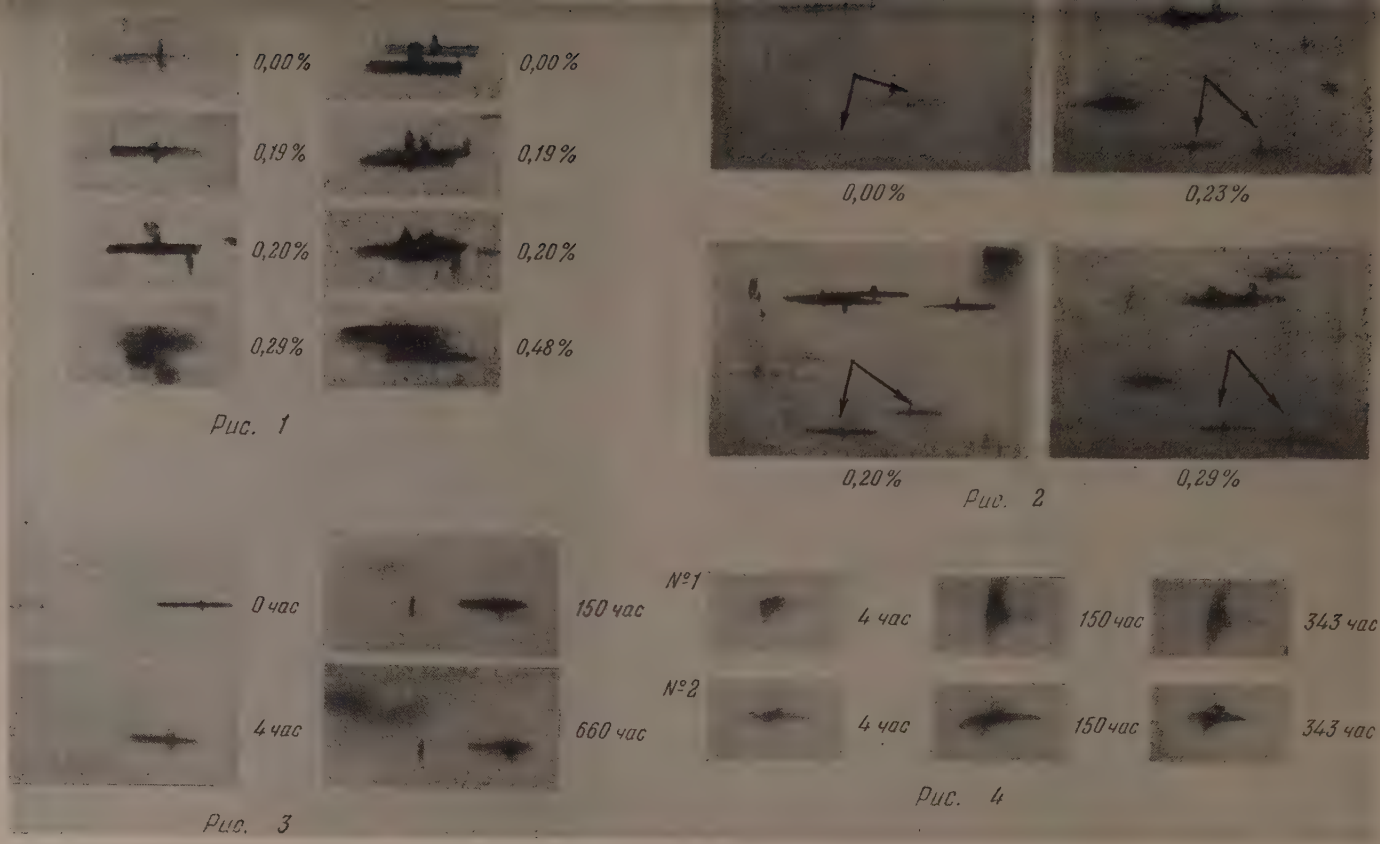


Рис. 1. Изменение строения отдельных интерференционных пятен на рентгенограммах алюминия при возрастании пластической деформации (увеличение 4×)

Рис. 2. Изменение строения интерференционных пятен на рентгенограммах алюминия при возрастании пластической деформации. Стрелками указано взаимное смещение пятен (увеличение 3,5×)

Рис. 3. Изменение строения интерференционных пятен на рентгенограммах алюминия в процессе ползучести при $\sigma = 1$ кг мм$^{-2}$ (увеличение 4×)

Рис. 4. Изменение строения двух пятен на рентгенограммах алюминия в процессе ползучести при $\sigma = 2$ кг мм$^{-2}$ (увеличение 4×)

С интерференционными пятнами от образца, испытанного на ползучесть при напряжении 1 кг мм$^{-2}$ (рис. 3), происходят изменения, подобные изменениям пятен у образца, испытанного при 2 кг мм$^{-2}$ (рис. 4).

Изменение характера строения интерференционных пятен алюминиевых образцов, испытанных в условиях ползучести при комнатной температуре при напряжениях 1 и 2 кг мм$^{-2}$ в интервале деформации до 0,23 и 0,71 % соответственно, позволяют заключить, что структурные изменения, происходящие внутри кристаллитов в процессе ползучести, качественно аналогичны структурным изменениям при простом растяжении. Приложение нагрузки непосредственно повышает совершенство кристаллитов (в упругой области), но затем с течением времени происходит разориентировка элементов субструктуры, их дробление и взаимное смещение. Характер строения кристаллитов, таким образом, усложняется, причем процесс в целом связан с развитием микронапряжений [6, 7]. Одновременно и независимо от структурных изменений, происходящих внутри кристаллитов, сами они взаимно перемещаются, причем процесс этот имеет, повидимому, характер вязкого течения по границам зерен.

Институт машиноведения
Академии наук СССР

Цитированная литература

1. Ровинский Б. М., Рыбакова Л. М., Изв. АН СССР, Серия физич., 15, 87 (1951).
2. Ровинский Б. М., Рыбакова Л. М., ЖТФ, *24*, 1069 (1954).
3. Ровинский Б. М., ЖТФ, 12, 679 (1942).
4. Ровинский Б. М., Изв. АН СССР, ОТН, *10*, 64 (1942).
5. Ровинский Б. М., Лютцау В. Г., Изв. АН СССР, ОТН, *11*, 1618 (1953).
6. Ровинский Б. М., Рыбакова Л. М., Изв. АН СССР, ОТН, *10*, 1483 (1952).
7. Ровинский Б. М., Рыбакова Л. М., Изв. АН СССР, ОТН, *9*, 1241 (1953).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

С. С. ГОРЕЛИК и Я. С. УМАНСКИЙ

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ НЕКОТОРЫХ ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Все возрастающая роль металлических соединений, в частности тугоплавких карбидов, в технике, в том числе в материалах, работающих при высоких температурах, делает изучение процессов разупрочнения в указанных соединениях весьма актуальным.

В настоящей работе* были изучены отдых и рекристаллизация тугоплавких соединений: карбида вольфрама WC и соединения NiAl.

Образцы WC были приготовлены прессованием порошка карбида в столбик размером $7\times7\times16$ мм. Столбики спекались при 1800° в течение 1 час. После спекания структура образцов состояла в основном из крупных кристаллитов размером примерно $10^{-3}\div10^{-4}$ см. Линии на рентгенограмме, снятой в стандартной камере в излучении Fe-K_α, были точечными, что подтвердило крупнозернистость исходного спеченного материала.

Порошок NiAl из частиц размером $1\div4$ μ был приготовлен размолом литого сплава. Химический и рентгенографический анализы показали, что состав соединения очень близок к эквиатомному.

Ввиду крайней хрупкости исследованных фаз к ним не могли быть применены обычные способы деформации (это обстоятельство является одной из причин, препятствующих изучению процессов отдыха и рекристаллизации в металлических соединениях). Поэтому были использованы следующие методы деформации, позволяющие применить рентгеновское исследование отдыха и рекристаллизации: образцы карбида вольфрама подвергались поверхностному наклепу обдиркой на абразивном круге; порошок NiAl был наклепан непосредственно в процессе размола в шаровой мельнице. На рентгенограммах с обоих соединений в деформированном состоянии линии были размытыми.

Влияние разных методов деформации на температуру рекристаллизации было проверено на железе. С этой целью рентгенографически определялась температура начала рекристаллизации в армко-железе после разных степеней деформации осадкой и после наклепа обдиркой на абразивном круге.

Температура начала рекристаллизации в поверхностных слоях железа, подвергнутых обдирке, оказалась равной 525—550° (при длительности отжига 1 час) и совпала с температурой начала рекристаллизации в железе, деформированном осадкой на 60—70 %. Помимо этого, определялась температура начала рекристаллизации в порошке электролитического железа, наклепанного в шаровой мельнице. Она составила 550—575°.

Таким образом, проверка показала, что примененные нами способы деформации дают значения температур начала рекристаллизации, при-

* В экспериментальной части исследования участвовал Р. Б. Гутман.

мерно совпадающие со значениями, получаемыми при больших степенях деформации (~60 %), осуществляемых обычными методами *.

Деформированные образцы WC отжигались до температуры 1000° в муфельной печи с водородной атмосферой, а выше 1000°— в печи Таммана с графитовой трубой. Температура замерялась оптическим пирометром. Колебания температуры составляли ±15—20°. Образцы помещались в графитовую лодочку и засыпались графитовой крупкой во избежание взаимодействия углерода карбидов с водородом.

Порошок NiAl отжигался в трубчатой печи сопротивления. Колебания температуры в ней составляли ±10°. Во избежание окисления порошок помещался в кварцевую трубку, откачанную до 10^{-2} мм Hg.

Температура начала рекристаллизации определялась рентгенографически по появлению первых точечных интерференционных максимумов на фоне сплошных линий рентгенограммы. В случае WC съемка рентгенограмм велась на излучении Cu-K в камере ϕ57,3 мм ($U = 60$ kV $I = 20$ mA, $\tau = 45$ мин).

Использование этих же условий съемки для NiAl, как показала специальная проверка, оказалось нецелесообразным. Из-за большого количества алюминия с малым коэффициентом поглощения при использовании медного излучения в отражении участвует большой объем металла. Это ухудшает разрешающую способность метода. Начальная стадия рекристаллизации при этом не улавливалась. Поэтому в случае NiAl было использовано излучение Cr-K ($U = 35$ kV, $I = 10$ mA, $\tau = 5$ час) и камера большого диаметра — 86 мм, что позволило обнаруживать первые следы рекристаллизации на значительно более ранней стадии.

В табл. 1 приведены данные о времени начала рекристаллизации в процессе изотермических выдержек при разных температурах отжига для WC и NiAl.

Таблица 1

Зависимость времени начала рекристаллизации тугоплавких соединений от температуры отжига

WC	Температура отжига, °C	1350	1400	1450	1500	1550
	Время начала рекристаллизации, мин	~1100	~40	~30	~10	~5
NiAl	Температура отжига, °C	700	725	750	775	780
	Время начала рекристаллизации, мин	60	~35	15	~10	~4

Данные табл. 1 изображены графически на рисунке.

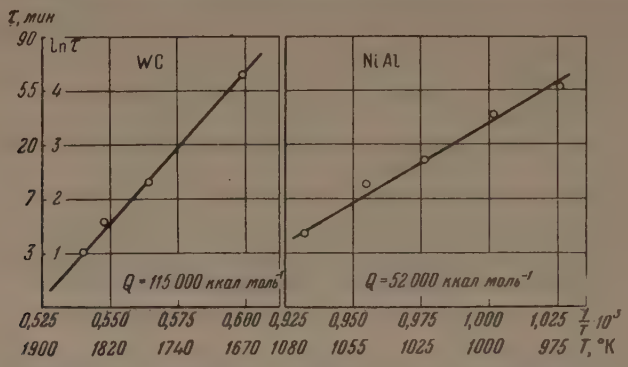
Из этой зависимости времени начала рекристаллизации от температуры отжига и на основании предположения, что время начала рекристаллизации пропорционально $e^{\frac{Q}{RT}}$ можно определить Q — условную ** величину энергии активации по формуле

$$Q = \frac{\ln \tau_1 - \ln \tau_2}{1/T_2 - 1/T_1}.$$

* Попытка наклепать обдиркой поверхностный слой на соединениях TiC и Fe_3C не дала положительных результатов. Линии на рентгенограммах с образцов этих соединений после деформации их обдиркой оставались точечными, как и на рентгенограммах, снятых до деформации образцов. Очевидно, в тех случаях, когда сопротивление отрыву мало, наклеп поверхностных слоев обдиркой не может быть осуществлен.

** Q нельзя рассматривать как энергию активации процесса рекристаллизации в строгом физическом толковании. Смысл величины Q в том, что она характеризует температурную зависимость скорости процесса.

Расчет по этой формуле дал значения величины Q для WC = =115 000 ккал моль$^{-1}$ и для NiAl = 52 000 ккал моль$^{-1}$, которые хорошо согласуются с другими характеристиками сил связи в этих соединениях.



Зависимость логарифма времени начала рекристаллизации от абсолютной температуры (T^{-1}) у тугоплавких соединений WC и NiAl

Даже с учетом недостаточно высокой точности, с которой определялись температуры начала рекристаллизации, можно считать надежным тот факт, что отношение $T_р/T_{пл}$ в случае исследованных тугоплавких соединений (табл. 2) является более высоким, чем в случае чистых металлов, где оно имеет, как известно, значения 0,2—0,35.

Таблица 2

Значения температур плавления и начала рекристаллизации для WC и NiAl

Соединение	$T_{пл}$, °K	$T_р$, °K*	$\frac{T_р}{T_{пл}}$
WC	2873	1648	0,57
NiAl	1912	973	0,51

Помимо температуры начала рекристаллизации, определялась также температура начала интенсивного отдыха (снятия напряжений II рода) по уменьшению ширины линий. В случае WC при этом фотометрировалась линия $(112)_\alpha$ (излучение Fe), в случае NiAl — линия (211) (излучение Cr).

Установлено, что, как и в чистых металлах, отдых в исследованных металлических соединениях начинается при температурах, более низких, чем температуры начала рекристаллизации: в карбиде WC отдых начинается после отжига при 900° длительностью 3 час, а соединении NiAl — после часового отжига при 500°.

Московский институт стали
им. И. В. Сталина

* $T_{рекр}$ указана для длительности отжига 1 час.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

С. С. ГОРЕЛИК

ОСОБЕННОСТИ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ НЕКОТОРЫХ ДВУХФАЗНЫХ СТАРЕЮЩИХ СПЛАВОВ

При нагреве стареющих сплавов, следующем за деформацией или происходящем одновременно с ней, в сплавах параллельно идут два процесса: с одной стороны, уменьшение и ликвидация искажений, созданных деформацией (отдых и рекристаллизация) и, с другой,— распад пересыщенного твердого раствора и выделение второй фазы, обычно сопровождающиеся значительным «фазовым наклепом».

Работа В. И. Ивероновой [1] является едва ли не единственной из известных в литературе, посвященной влиянию распада пересыщенного твердого раствора на температуру рекристаллизации. В ней установлено, что распад приводит к повышению температуры рекристаллизации, наблюдаемой рентгенографически. Причиной такого повышения температуры автор считает релаксацию напряжений, созданных при деформации и являющихся очагами рекристаллизации. Последняя особенно интенсивно идет в процессе распада пересыщенного твердого раствора или в процессе восходящей диффузии.

В настоящей работе исследована рекристаллизация в стареющих сплавах системы Cu—Be и в сплавах на основе нихрома следующего состава:

№ сплава	Химический состав, %				№ сплава	Химический состав, %	
	Ni	Cr	Al	Ti		Cu	Be
1	>99,0	—	—	—	4	99,8	—
2	Основа	13,0	—	—	5	Основа	0,54
3	»	13,8	2,18	2,4	6	»	1,05
					7	»	2,33

Сплавы № 3, 5, 6 и 7 — двухфазные. В сплаве № 3 избыточной фазой является соединение $Ni_3(Al, Ti)$ с решеткой гранецентрированного куба, изоморфной основному твердому раствору, в сплавах № 5, 6 и 7 — соединение CuBe с решеткой объемноцентрированного куба.

Медь и ее сплавы деформировались прокаткой при комнатной температуре. Никель и сплавы на его основе деформировались осадкой в основном в горячем состоянии. Съемка рентгенограмм велась в излучении Fe-K_α в камере ϕ 57,3 мм и частично в излучении Cu-K_α в камере КРОС с плоской кассетой.

На рис. 1 показана зависимость температуры начала рекристаллизации ($t_р^н$) исследованных сплавов (определенного рентгенографически по появлению точечных пятен на линиях рентгенограммы) от степени деформации.

Хром, образующий с никелем твердый раствор, очень резко повышает его $t_р^н$. Причина этого заключается, очевидно, в повышении сил межатомных связей в решетке твердого раствора [2].

Введение в нихром алюминия и титана, а в медь бериллия в количествах, вызывающих дисперсионное твердение, приводит к дальнейшему повышению температуры рекристаллизации. В сплавах Cu-Be это повышение тем больше, чем больше содержание бериллия и чем больше пересыщен твердый раствор, что совпадает с данными В. И. Ивероновой.

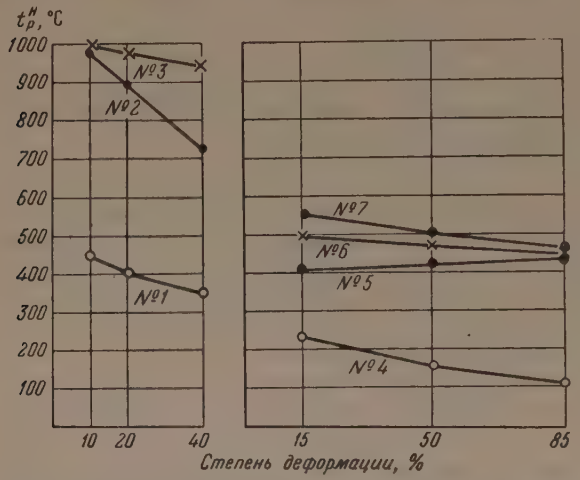


Рис. 1. Зависимость температуры начала рекристаллизации от степени деформации; слева — сплавы на основе никеля, справа — на основе меди (номера кривых соответствуют номерам сплавов в таблице)

Отношение абсолютной температуры рекристаллизации ($T_р$) к абсолютной температуре плавления ($T_{пл}$) в стареющих сплавах № 3 и 7 достигает значений $T_р/T_{пл} = 0{,}6 \div 0{,}65$, что значительно выше соответствующих значений для чистых металлов и однофазных твердых растворов.

Если бы установленное выше повышение $t_р^н$ в стареющих сплавах было обусловлено диффузионной релаксацией напряжений за счет распада твердого раствора, то в том случае, когда распад был бы исключен предварительным старением, рекристаллизация должна была бы начаться при более низкой температуре. Однако экспериментальная проверка не подтвердила этого.

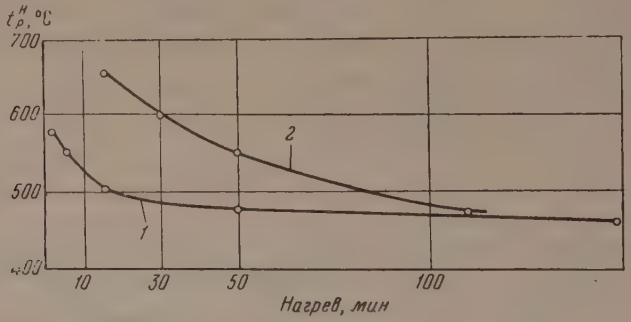


Рис. 2. Влияние предварительного (до деформации) старения на зависимость $t_р^н$ сплава Cu-Be (2,3%) от длительности нагрева: *1* — без предварительного старения, *2* — со старением

Образцы бериллиевой бронзы с 1,0 и 2,3 % бериллия были подвергнуты деформации и последующему нагреву после предварительного старения при температурах 300 ÷ 400°. При использовании обычной рентгеновской методики в сплаве с 2,3 % бериллия первые следы рекристаллизации были выявлены для случая предварительного старения после нагрева при 650° ($\tau = 30$ мин) вместо 500° без предварительного старения. После более длительного времени нагрева (2 час и более) $t_р^н$ для обоих режимов обработки оказались примерно равными (рис. 2).

На рис. 3 показана зависимость твердости предварительно состаренных образцов сплава с 2,3 % бериллия и подвергнутых деформации от температуры последующих нагревов. Оказалось, что уже после нагрева до 450° (τ = 30 мин) твердость стала равной твердости до деформации, т. е. деформационное упрочнение снялось при температуре, которая на 150÷200° ниже температуры рентгенографически выявленной рекристаллизации.

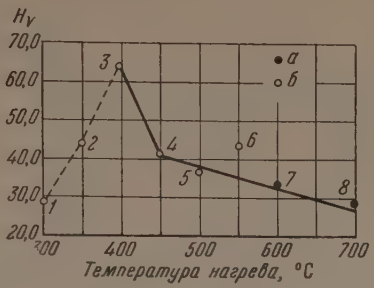


Рис. 3. Зависимость твердости (при нагрузке 1 кг) сплава Cu-Be (2,3% Be) от температуры нагрева: *1* — после закалки, *2* — после старения, *3* — после деформации, *4—8*— после нагрева; *а* — на рентгенограмме видны следы рекристаллизации, *б* — следов рекристаллизации не обнаружено

Для повышения разрешающей способности рентгеновского метода были сняты рентгенограммы в излучении Cu-K_α на плоскую пленку при расстоянии от образца до пленки 35 мм, с диафрагмой в 0,3 мм. С образца, нагретого до 450°, был получен четко разрешенный дублет на линии (222), но линия осталась сплошной, без точек (рис. 4, см. вклейку *VII*).

Полученный результат может быть истолкован так, что в исследованных сплавах фактором, тормозящим рекристаллизацию, является вторая фаза, выделяющаяся в них в большом количестве при распаде. Ее тормозящая роль сводится, вероятно, к тому, что она препятствует росту зародышей рекристаллизации, образовавшихся в микрообъемах, т. е., по существу, задерживает собирательную рекристаллизацию.

В пользу такого предположения говорит и следующий факт. Хорошо известно, что увеличение степени деформации приводит обычно к снижению температуры рекристаллизации. Однако на сплаве № 5 с 0,54 % Be было обнаружено обратное явление (рис. 1): $t^{н}_{р}$ после прокатки на 15, 50 и 85 % оказалась равной соответственно 410, 425 и 435°. Для объяснения этого результата микроструктура образцов сплава № 5 была изучена при помощи электронного микроскопа. На рис. 5. (см. ту же вклейку) показаны структуры образцов, деформированных на 15 % и на 85 % и нагретых затем до 410°. Образец, деформированный на 15 %, оказался однофазным (рис. 5, *а*), тогда как в случае деформации на 85 % явно видна другая фаза (рис. 5, *б*), выделившаяся, очевидно, по линиям сдвига. Наличие другой фазы и явилось, вероятно, причиной задержки рекристаллизации. Произошла ли рекристаллизация в областях твердого раствора, заключенных между выделениями второй фазы, установить не удалось, так как эти области имеют в среднем размер меньше 1 μ, и для получения точечной рентгенограммы необходимы специальные методы съемки повышенной разрешающей способности; примененные нами методы оказались недостаточными.

Выделение другой фазы при значительной деформации в сплаве, который в равновесном состоянии при данной температуре является однофазным, может быть объяснено восходящей диффузией [3]. В этом случае увеличение длительности отжига должно привести к растворению выделившейся другой фазы, что и наблюдалось нами.

Тормозящее действие другой фазы отчетливо проявляется также в чрезвычайно медленном завершении рекристаллизации обработки при температурах нагрева, отвечающих двухфазному состоянию сплава.

На рис. 6 показаны начало и конец рекристаллизации обработки

для Cu (№ 4), нихрома (сплав № 2) и стареющих сплавов на их основе (№ 7 и 3)*.

Для чистой меди и однофазного нихрома температура конца рекристаллизации обработки ($t_р^к$), как и температура начала, зависит от длительности отжига, снижаясь с его увеличением. В случае стареющих сплавов $t_р^н$ практически не зависит от длительности отжига и примерно равна температуре перехода из двухфазной в однофазную область или близка к ней.

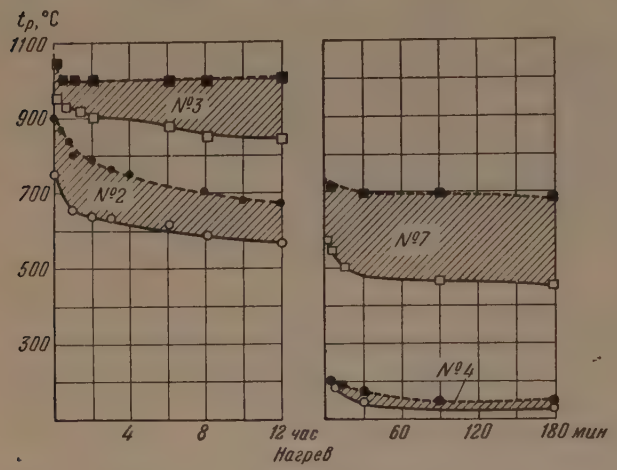


Рис. 6. Интервал рекристаллизации для меди (№ 4), нихрома (№ 2) и стареющих сплавов (№ 7 и 3), пунктир — начало рекристаллизации, сплошная линия — конец рекристаллизации

Таким образом, наличие другой фазы даже в относительно небольших количествах тормозит завершение диффузионного процесса рекристаллизации.

Если это торможение имеет место при относительно высоких температурах и малом количестве другой фазы, то оно тем более возможно при

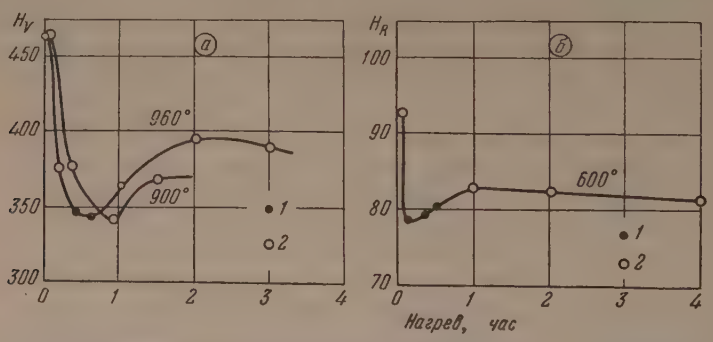


Рис. 7. Зависимость твердости (при нагрузке 5 кг) холоднодеформированных стареющих сплавов от длительности и температуры нагрева: *а* — сплав № 3, деформация 10%; *б* — сплав № 7, деформация 50%; *1* — рентгенографически видны следы рекристаллизации, *2* — следов рекристаллизации не обнаружено

более низких температурах, отвечающих началу рекристаллизации обработки, и значительно большем количестве другой фазы и большей ее дисперсности.

* * *

Далее нами установлено, что в зависимости от температуры изотермического отжига и связанного с ней степенью пересыщения твер-

* Конец рекристаллизации обработки определялся двумя способами: по исчезновению фона сплошных интерференционных линий и по максимуму числа точечных пятен на линиях.

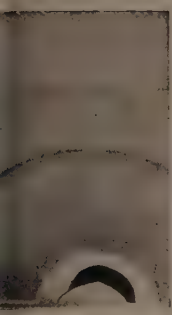
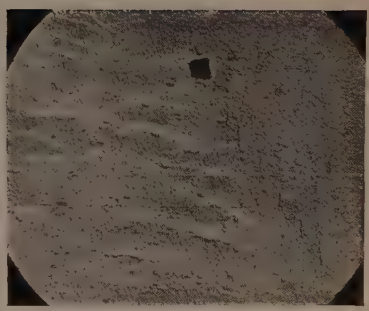


Рис. 4

а



б

Рис. 5

Рис. 4. Рентгенограмма сплава Cu-Be (2,3% Be); деформация 50% + нагрев 450° в течение 30 мин

Рис. 5. Электронномикрофотография структуры сплава Cu-Be (0,5% Be) (увеличение 9000 ×): *а* — деформация 15%, *б* — деформация 85%

дого раствора, а также от степени деформации интенсивность параллельно идущих процессов старения и рекристаллизации (разупрочнения) различна.

При относительно высоких температурах отжига и соответственно малых пересыщениях на начальной стадии изотермического отжига более эффективным оказывается процесс разупрочнения. Короткие изотермические выдержки заметно снижают твердость сплавов (рис. 7), сужается ширина линий рентгенограммы, возникают рентгенографически наблюдаемые зародыши новых, рекристаллизованных зерен. Распад твердого раствора при этом идет (о чем говорит небольшое изменение периодов решетки твердых растворов), но влияние распада перекрывается влиянием уменьшения или устранения деформационного наклепа.

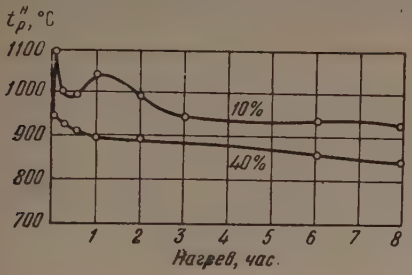


Рис. 8

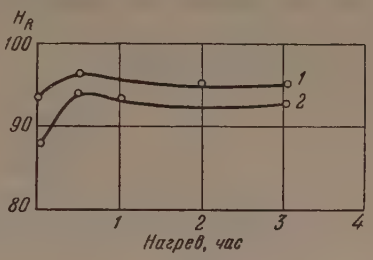


Рис. 9

Рис. 8. Зависимость температуры начала рекристаллизации $t_р^н$ стареющего сплава № 3 от длительности отжига и величины деформации

Рис. 9. Зависимость твердости деформированного сплава № 7 от длительности нагрева: *1* — деформация 50%, $t = 400°$; *2* — деформация 15%, $t = 450°$

Дальнейшее увеличение изотермической выдержки и продолжающийся распад твердого раствора приостанавливают образование новых и рост ранее возникших зародышей рекристаллизации. Создавшийся при распаде за счет разности удельных объемов фаз фазовый наклеп приводит к повышению твердости сплава, размытию интерференционных пятен от ранее рекристаллизовавшихся объемов, а при определенных условиях — даже к полному их исчезновению.

Еще большее увеличение длительности нагрева приводит к коагуляции другой фазы, снижению твердости, сужению линий рентгенограммы и снова к появлению следов начавшейся рекристаллизации обработки.

Именно таким образом можно объяснить аномальное изменение температуры начала рекристаллизации в зависимости от длительности отжига, установленное в сплаве № 3 на основе нихрома (рис. 8). Температура рекристаллизации в этом сплаве, деформированном на 10 %, после отжига длительностью 1 час оказалась более высокой, чем после отжига как в течение 2 час, так и 30 мин.

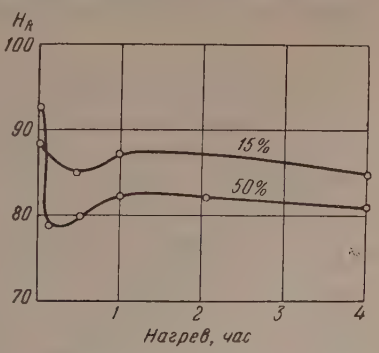


Рис. 10. Влияние степени холодной деформации на зависимость разупрочнения стареющего сплава № 7 от длительности нагрева (600°С)

С понижением температуры нагрева соотношение скоростей и влияния обоих процессов меняется. При относительно низких температурах и соответственно больших пересыщениях старение идет с большой скоростью, количество другой фазы велико. Напряжения, возникающие за счет распада уже на начальных стадиях отжига, превышают эффект уменьшения деформационных напряжений. Твердость сплава сразу растет (рис. 9). Выделяю-

щаяся другая фаза препятствует развитию рекристаллизации. Заключается ли это препятствие только в торможении роста зародышей рекристаллизации или и в задержке их возникновения за счет устойчивого при данной температуре и длительности отжига фазового наклепа, мы пока сказать не можем.

На скорость обоих процессов влияет также степень деформации. Повышение степени обжатия при горячей деформации сильнее сказывается на ускорении процесса распада и способствует более полному и раннему его завершению. Температура начала рекристаллизации с увеличением степени деформации снижается при этом меньше, чем в случае чистых металлов или однофазных твердых растворов (см. рис. 6).

Повышение степени обжатия при холодной деформации приводит к тому, что на начальных стадиях изотермической выдержки при нагреве более интенсивным оказывается процесс разупрочнения (рис. 10).

Московский институт стали
им. И. В. Сталина

Цитированная литература

1. Иверонова В. И., в Сб. «Применение рентгеновых лучей к исследованию материалов», стр. 34.— Машгиз, Л., 1949.
2. Курдюмов Г. В., Травина Н. Т., ДАН СССР, 99, 177 (1954).
3. Ровенский Г. М., Труды ВИАМ.— Оборонгиз, М., 1946.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

Д. М. ВАСИЛЬЕВ и А. Ф. ЕРАШОВ

ОСТАТОЧНОЕ ИЗМЕНЕНИЕ МЕЖПЛОСКОСТНЫХ РАССТОЯНИЙ У ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ ПОСЛЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Эффект смещения рентгеновских линий, лежащих в области углов диффракции, близких к 90°, у образцов, пластически деформированных одноосным растяжением или сжатием, впервые обнаружен в работах [1, 2] и с тех пор неоднократно привлекал внимание исследователей.

Анализ литературных данных [3—18] показывает, что для объяснения явлений, происходящих при деформировании в толще образца, по существу приходится выбирать между гипотезой о влиянии анизотропии механических свойств кристаллитов и избирательного характера диффракции рентгеновых лучей в поликристаллическом образце [3] и гипотезой о возникновении ориентированных микронапряжений [5, 19].

Настоящая работа и была предпринята с целью выяснения пригодности этих гипотез для объяснения наблюдаемых эффектов.

Нами исследовалась углеродистая сталь марки Ст. 25, заготовки из которой перед изготовлением образцов подвергались нормализации с последующим отпуском при 680° и медленным охлаждением с целью снятия всех искажений структуры.

Для более полного анализа искажений, вносимых пластической деформацией, была применена методика угловых съемок, позволяющая исследовать процесс отражения рентгеновых лучей от семейства плоскостей (hkl), образующих различные углы с осью предварительной пластической деформации. Угловые съемки уже были использованы ранее [15, 18] для плоских образцов, что приводило в ряде случаев к сильному расширению рентгеновских линий и их смещению из-за геометрических эффектов. Во избежание этого мы применяли для угловых съемок цилиндрические образцы, вырезанные так, чтобы ось цилиндрика была перпендикулярна к оси пластической деформации. Путем электролитического травления, доводящего диаметр их до 0,5 мм, были полностью сняты возможные искажения структуры, вызванные процедурой вырезки тонких цилиндриков.

Рентгенографирование велось в аксиальной камере с секционированной полукруглой кассетой, позволяющей получать на одной пленке до пяти рентгенограмм. Каждая серия из пяти рентгенограмм включала один снимок с отожженного образца, служащего эталоном. Положение линии измерялось относительно тени, даваемой тонкой вольфрамовой проволочкой, неподвижно укрепленной на ширме, прикрывающей кассету.

Ошибки определения $\Delta d/d$ на сильно размытых линиях (пластическая деформация $\varepsilon_{\text{пл}} \approx 20\ \%$) составляли $(5 \div 7) \cdot 10^{-5}$, несколько снижаясь для менее размытых линий ($\varepsilon_{\text{пл}} \approx 5\ \%$). В экспериментально определенное значение $\Delta d/d$ вносилась поправка, учитывающая фиктивное изменение межплоскостных расстояний вследствие размытия K_α-дублета по мере роста пластической деформации. Поправка вычислялась по формуле

$$\Delta\left(\frac{\Delta d}{d}\right) = U\frac{\Delta\lambda}{\lambda},$$

где $\Delta\lambda$ — разность длин волн компонент K_α-дублета $(\Delta\lambda = \lambda_{\alpha_2} - \lambda_{\alpha_1})$, U — величина, характеризующая степень взаимодействия близко расположенных компонент K_α-дублета, способ определения которой изложен

4*

в работе [20]. Ширина составляющих K_α-дублета также определялась по специальной методике, изложенной в работе [21].

Зависимость $\Delta d/d = f(\psi)$, где ψ — угол между отражающей плоскостью и осью деформации (рис. 1), исследовалась на образцах, подвергавшихся предварительной пластической деформации растяжением в 0,6, 2,4, 4,9, 9,3, 14 % и сжатием в 6,4 и 19 %. Во всех случаях исследовалось

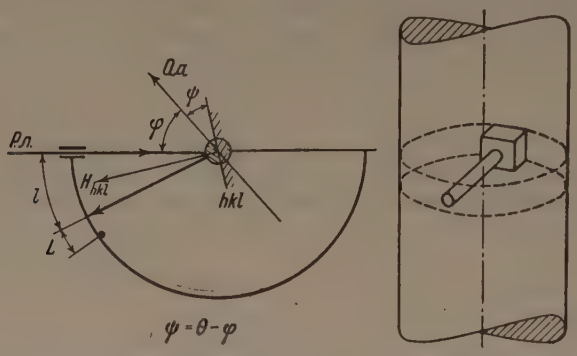


Рис. 1. Схема съемки рентгенограмм и способ вырезки образцов: ψ — угол между отражающей плоскостью и осью деформаций, θ — брегговский угол, *О. д.* — ось деформации

положение линии (310), получаемой в излучении Co-K_α; для образцов, претерпевших предварительную пластическую деформацию растяжением

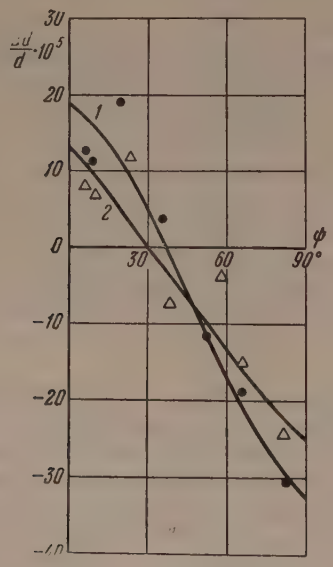


Рис. 2

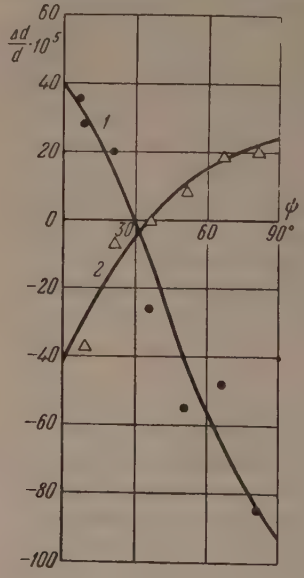


Рис. 3

Рис. 2. Зависимость относительного изменения межплоскостного расстояния от угла между отражающей плоскостью и осью деформации и величины деформации: *1* — наклеп растяжением в 0,6 %, линия (310), полученная в излучении CoK_α; *2* — та же линия, наклеп растяжением в 2,4%

Рис. 3. То же, что на рис. 2, но: *1* — наклеп растяжением в 14%, линия (310); *2* — та же линия, наклеп сжатием в 19%

в 4,9 %, одновременно с линией (310) исследовалась линия (220). В этом случае применялось комбинированное CoFe-K_α-излучение, полученное при помощи разборной ионной трубки с анодом из сплава с соотношением компонентов Co : Fe = 60 : 40.

Каждое значение $\Delta d/d$, служащее для построения кривой $\Delta d/d = f(\psi)$, бралось как среднее из двух значений $\Delta d/d$ — одного, соответствующего углу ψ, и другого, соответствующего углу $\psi + 180°$.

Такая методика позволила полностью исключить возможное влияние эксцентриситета оси образца относительно оси поворота.

Как указывалось выше, образец, подлежащий рентгенографированию, имел ϕ 0,5 мм, в то время как начальный диаметр растягиваемого образца составлял 14 мм. Естественно, что смещение линий на рентгенограмме могло обусловливаться только изменениями, происшедшими во внутренних слоях образца, но отнюдь не на поверхности.

Таким образом, указанная методика полностью исключила влияние напряжений первого рода, если бы они возникли вследствие возможного изгиба образца при его деформировании, на положение линий.

На рис. 2 и 3 изображены основные экспериментальные данные по определению зависимости $\Delta d/d = f(\psi)$.

Прежде всего следует отметить, что общий характер зависимости $\Delta d/d = f(\psi)$ мало изменяется при переходе от малых степеней предварительной пластической деформации порядка процента к степеням порядка десятков процентов. Как видно из рис. 4, ясно выражена тенденция к монотонному увеличению отношения $|\Delta d/d|$ по мере роста $\varepsilon_{пл}$ как для $\psi = 0°$, так и для $\psi = 90°$, с постепенным уменьшением скорости роста $\frac{\Delta d}{d}$.

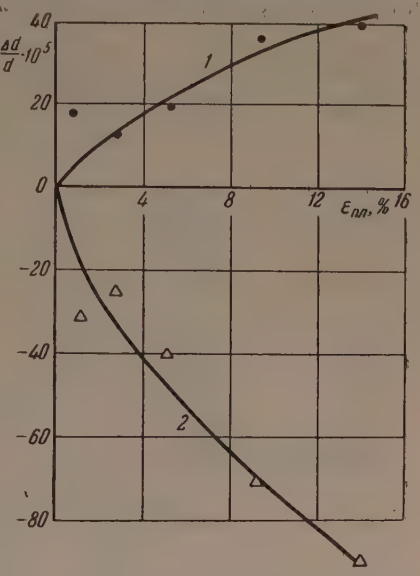


Рис. 4. Зависимость относительного изменения межплоскостного расстояния от величины пластической деформации и угла ψ (линия (310), наклеп растяжением): *1* — $\psi = 0°$, *2* — $\psi = 90°$

Экспериментальные данные, изображенные на рис. 2—4, не совпадают с теоретическими кривыми, рассчитанными по Гринафу [18], не только количественно, но даже и качественно, так как экспериментальная зависимость $\Delta d/d = f(\psi)$ нисколько не похожа на теоретическую.

Таким образом, высказанное в работе [18] утверждение о том, что гипотеза Гринафа в общем правильно описывает природу явления, не соответствует действительности; по крайней мере для образцов из мягкой стали приходится подыскивать другое объяснение.

Легко показать, что кривые, подобные изображенным на рис. 2—4, получатся в том случае, если в образце после пластической деформации будет иметь место однородное напряженное состояние с главными напряжениями σ_1, σ_2, σ_3. Если направить σ_1 вдоль оси предварительной пластической деформации, то, очевидно, $\sigma_2 = \sigma_3$.

Анализ кривых рис. 2—4 показывает, что, во-первых, $|\sigma_1| > |\sigma_2|$ и, во-вторых, $\sigma_1/\varepsilon_{пл} < 0$, так что после предварительного растяжения наибольшее главное напряжение, действующее вдоль оси предварительной пластической деформации, будет сжимающим, а после предварительного сжатия — растягивающим.

Каким образом могло возникнуть в образце, подвергаемом рентгенографированию, напряженное состояние, описываемое кривыми рис. 2 и 3? Формально смещение рентгеновских линий может быть объяснено действием остаточных макронапряжений (остаточные напряжения I рода). Однако для ненагруженного внешней силой образца невозможно пред-

ставить себе существование системы взаимноуравновешенных макронапряжений, подобной рассмотренной выше. Остается предположить, что в образце имеет место существование системы ориентированных микронапряжений (остаточные напряжения II рода), действующих на области образца, принимающие участие в создании диффракционной картины. Таким образом, здесь подтверждается предположение, высказанное в работе [5].

В образце из углеродистой стали система ориентированных микронапряжений, подобная описываемой, должна уравновешиваться благодаря присутствию областей, не принимающих участия в создании рентгеновских линий феррита, но играющих роль жесткого скелета и воспринимающих на себя напряжения со знаком, обратным знаку напряжений, действующих на феррит.

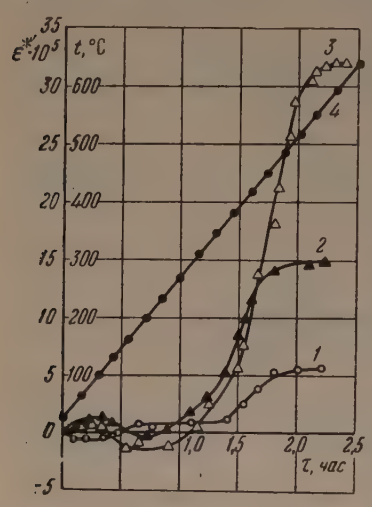


Рис. 5. Зависимость относительной остаточной деформации ε^* ($=\Delta l^*/l$) от длительности нагревания образца после наклепа растяжением: *1* — в 0,4%, *2* — в 1,4%, *3* — в 19,3%; *4* — температурный режим дилатометрических опытов

Такими областями могут быть либо цементит, либо нитриды и окислы, либо переходные области между зернами, либо, наконец, части кристаллитов, сосредоточенные вблизи следов скольжения, структура которых настолько искажена, что они не принимают участия в когерентном рассеянии, а лишь увеличивают интенсивность фона.

Окончательный выбор между указанными возможностями может быть сделан только после дополнительных опытов, однако можно указать, что к выводу о существовании в пластически деформированных углеродистых сталях ориентированных микронапряжений и жесткого скелета пришел ранее один из авторов настоящей работы на основании опытов по изучению последействия у деформированных образцов при повышенных температурах [19]. При помощи дилатометрических измерений было показано, что предварительно пластически растянутые образцы из малоуглеродистой стали дают при нагревании остаточное увеличение длины; результаты опытов с исследованной в настоящей работе сталью приведены на рис. 5. Легко видеть, что относительная остаточная деформация ε^*, получаемая при нагревании до 650°, весьма близко совпадает с измеряемой при помощи рентгеновых лучей.

Сравнение данных дилатометрических опытов с результатами непосредственного определения объемных изменений образцов при нагревании их после пластической деформации позволило сделать вывод о том, что в пластически деформированном образце возникают ориентированные микронапряжения, причем вдоль оси деформации на зерна феррита действуют напряжения, направление которых противоположно направлению предварительной пластической деформации.

Как видно из результатов настоящей работы, изложенные соображения полностью подтверждаются данными рентгеновских измерений.

Таким образом, можно полагать, что по крайней мере для углеродистой стали существующие представления о характере микронапряжений, возникающих после пластической диформации, должны быть несколько изменены: наряду с дезориентированными микронапряжениями, вызывающими, так же как и измельчение когерентных областей, расширение рентгеновских линий, повидимому, возникают микронапряжения, ориентированные определенным образом по отношению к оси деформации; эти микронапряжения вызывают не расширение рентгеновских линий,

а их смещение, увеличивающееся по мере роста степени пластической деформации.

Вообще говоря, можно предполагать, что ориентированные микронапряжения возникают после пластической деформации каждый раз, когда в образце, наряду с «мягкими» областями, существуют также более «жесткие» области, играющие роль «жесткого скелета». С этой точки зрения ориентированные микронапряжения должны обнаруживаться не только в углеродистой стали.

Как показывают результаты нашей работы и работы [22], остаточное изменение межплоскостных расстояний обнаруживается у мягкой стали как при очень малых пластических деформациях (0,6 %), так и после приложения к образцу напряжения, не превышающего макроскопический предел упругости. Это обстоятельство дает основание считать, что ориентированные микронапряжения должны играть существенную роль при протекании явлений несовершенной упругости.

Говоря о чисто прикладном значении обнаруженных в настоящей работе явлений, можно указать, что при рентгеновском измерении остаточных макронапряжений методом косых съемок на изделиях, подвергнутых пластической деформации, в простейших случаях влияние описанных в настоящей работе эффектов может быть учтено [23]. В более сложных случаях введение поправки весьма затрудняется, так как, наряду с необходимостью знания направления главных осей деформации и ее величины, должна быть предварительно доказана применимость принципа суперпозиции при возникновении микронапряжений. Ошибка при неучете поправки может достигать нескольких десятков килограммов на 1 мм^2.

После того как настоящая работа была проведена, мы ознакомились со статьей Гаука [24], в которой он, применив методику косых съемок от плоского образца, также пришел к выводу о существовании ориентированных микронапряжений в углеродистой стали и отказался от своей прежней точки зрения о пригодности гипотезы Гринафа.

Авторы считают своим долгом поблагодарить Н. Н. Давиденкова за внимание к изложенной работе.

Ленинградский институт
инженеров железнодорожного транспорта

Цитированная литература

1. Wood W., Phil. Mag., **18**, 495 (1934).
2. Wood W., Phil. Mag., **19**, 219 (1935).
3. Greenough G., Proc. Roy. Soc., **A 197**, 556 (1949).
4. Давиденков Н., ЖТФ, **14**, 9 (1944).
5. Ровинский Б., ЖТФ, **21**, 11 (1951).
6. Ровинский Б., ЖТФ, **17**, 10 (1947).
7. Greenough G., Auld J., Acta Metall., **2**, *2*, 209 (1954).
8. Гликман Л., Санфирова Г., Степанов В., ЖТФ, **19**, 3 (1949).
9. Давиденков Н., Ассур Е., в Сб. «Применение рентгеновских лучей к исследованию материалов», стр. 61.— Машгиз, М., 1946.
10. Greenough G., J. Iron a. Steel Inst., **169**, 235 (1951).
11. Давиденков Н., Тимофеева М., ЖТФ, **16**, 3 (1946).
12. Wood W., Smith S., Proc. Roy. Soc., **A 182**, 404 (1944).
13. Ровинский Б., ЖТФ, **20**, 12 (1950).
14. Ровинский Б., Тыжнова Н., ЖТФ, **20**, 676 (1950).
15. Hauk V., Naturwiss., **40**, *19* (1953).
16. Степкин С., Харсон Л., Сб. ЛИИЖТ, **146**, 221 (1954).
17. Reimer L., ZS. angew. Phys., **6**, *11* (1954)
18. Kappler E., Reimer L., ZS. angew. Phys., **5**, *11* (1953).
19. Васильев Д., Диссертация, ЛПИ, Л., 1951.
20. Васильев Д., Ващенко З., ЖТФ, **25**, 4 (1955).
21. Васильев В., ЖТФ, **25**, 11 (1955).
22. Garrod R., Nature, **165**, 241 (1950).
23. Kappler E., Reimer L., Naturwiss., **41**, 60 (1954).
24. Hauk V., ZS. f. Metallk., **45**, 33 (1955).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

Т. Н. СМИРНОВА и Ю. С. ТЕРМИНАСОВ

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ МЕТАЛЛОВ ПРИ СТАТИЧЕСКОМ И ДИНАМИЧЕСКОМ СЖАТИИ

Рентгенографические исследования механизма искажений атомной кристаллической решетки металлов, подвергнутых деформации статического и динамического сжатия, проведенные одним из авторов совместно с Н. Н. Давиденковым [1] и Е. Б. Гасиловой [2], показали, что в зависимости от скорости деформации возникают различия в протекании этого процесса.

Данная работа является дальнейшим развитием указанных исследований.

Методика исследования

Рентгенографические исследования были проведены на стали марок Ст.2, У8, техническом железе и алюминии. Образцы имели цилиндрическую форму (ф 15 мм и высота 25 мм). На боковой стороне образцов были нанесены риски, делящие образец на 10 равных частей по высоте.

Для снятия наклепа, полученного при изготовлении образцов, последние были подвергнуты отжигу в вакуумной печи. Железные и стальные образцы отжигались при температуре 700° в течение 1,5÷2 час. Алюминиевые образцы подвергались отжигу при 350° в течение 1,5 час. Во всех случаях охлаждение происходило вместе с печью.

Исследуемые образцы подвергались статическому и динамическому сжатию.

Статическая деформация производилась на прессах—60-тонном Амслера и 35-тонном универсальном.

Динамическая деформация всех образцов, кроме алюминиевых, производилась на скоростном копре конструкции Давиденкова, Носкина и др.; скорость деформации на скоростном копре достигала 120 м сек$^{-1}$. Деформация производилась при помощи удара бойков, вылетающих из труб копра с большой скоростью под действием сжатого воздуха. Скорость движения бойка в момент удара принималась за скорость деформации.

В результате статической деформации образцы приобретали симметричную бочкообразную форму. Наибольшей продольной деформации подвергались слои, прилегающие к торцам. Динамически же деформированные образцы при больших скоростях удара (около 100 м сек$^{-1}$) отличались асимметричной формой. Обычно у динамически деформированных образцов зона наибольшей выпуклости смещается вниз — в сторону, противоположную стороне удара. При еще больших скоростях деформирования со стороны удара замечается утолщение слоев, прилегающих к торцу, и намечается появление зоны минимальной деформации, разделяющей область вблизи торцовой поверхности, получившей удар, и область максимального бокового выпучивания, а сам образец принимает грибообраз-

ую форму. Отличие в распределении деформаций в образцах, деформированных динамически, по сравнению с распределением деформаций в статически деформированных образцах объясняется наличием инерционного эффекта, возникающего в результате инерционного сопротивления металлов.

Во время ударного сжатия происходило значительное разогревание образцов. При очень больших деформациях на торцах образцов были заметны цвета побежалости.

Динамическая деформация алюминиевых образцов производилась на ударном копре Амслера с падающей бабой при неподвижном образце; вес бабы — 35,2 кг, наибольшая высота падения — 4 м; скорость падения бабы определялась по теоретической формуле свободного падения тел, она же принималось и за скорость деформации.

Расстояние между рисками, нанесенными на боковую поверхность образцов, промерялось как до деформации, так и после деформации при помощи измерительного микроскопа с точностью до 0,01 мм; для каждого участка слоя была определена степень деформации.

Для изучения остаточных искажений атомной решетки образцов применялся рентгенографический метод обратной съемки. В камере для обратной съемки обычная плоская кассета была заменена цилиндрической, предложенной одним из авторов, позволяющей получать 11 снимков на одну пленку.

При рентгенографировании образцов применялся коллиматор с двумя диафрагмами ϕ 0,6 мм, так что образец облучался тонким, практически параллельным пучком рентгеновых лучей. Съемка производилась с вращением образцов в K_α-излучении Co.

В течение всей работы строго соблюдался постоянный режим работы трубки, постоянство расстояния от диафрагмы до образца, одинаковые условия проявления, фиксирования и другие условия обработки рентгенограмм. Ренгенограммы были сняты как с недеформированных образцов, так и с деформированных на участках с различной степенью деформации. Рентгенограммы с отожженных образцов представляют собой четкие линии с разделенным K_α-дублетом.

В нашей работе необходимо было получать две интерференционные линии одновременно. При съемке железа и стали получались интерференционные линии (310) и (220). Расстояние между пленкой и образцом было равно 45 мм. При этих условиях интерференционная линия (310) фиксировалась на плоской пленке, а линия (220) — на цилиндрической. В случае алюминиевых образцов на рентгенограмме фиксировались интерференционные линии (420) и (331). При том же расстоянии между пленкой и образцом (45 мм) обе линии располагались на одной плоской пленке.

K_α-дублет на рентгенограммах, полученных с деформированных образцов, представляет собой размытые интерференционные линии. Чем больше степень деформации металла, тем более размытыми становятся линии и тем меньше их интенсивность.

Полученные рентгенограммы микрофотометрировались на микрофотометре МФ-2. На всех микрофотограммах были промерены ширины линий и площади микрофотограмм для определения кристаллитных и элементарных искажений атомной решетки.

Результаты исследования

Полученные микрофотограммы были подвергнуты обработке, в результате чего по ширине интерференционных максимумов были определены остаточные кристаллитные искажения и по отношению площадей микрофотометрических кривых двух интерференционных линий, полученных на рентгенограммах,—остаточные элементарные искажения решетки.

Результаты эксперимента представлены ниже в виде графиков. Гра фики, характеризующие изменение кристаллитных искажений, предста лены зависимостью ширины линии ΔS от степени деформации $\Delta h/h$ отдел ных слоев образца, выраженной в процентах.

Графики, характеризующие изменение элементарных искажени кристаллической решетки, даны в виде зависимости отношения инте сивностей двух интерференционных линий от степени деформации.

Алюминиевые образцы. Как видно из рис. 1, ширина интер ференционных линий (420) и (331) резко возрастает в начальной стади деформации, достигая предельного значения как в случае статического так и динамического сжатия примерно при 30 % деформации.

Дальнейшее деформирование алюминиевых образцов не вызывает ника кого увеличения ширины интерференционной линии, что видно из прямо линейного хода прямой, параллельной оси абсцисс. Таким образом, оста точные кристаллитные искажения, достигнув максимального предел примерно при 30 % остаточной деформации, дальше не растут; следова тельно, процесс дальнейшего деформирования металла не может быт объяснен действием этих искажений.

Сравнивая кривые зависимости ширины линий от степени деформаци при статической и динамической деформациях, мы видим, что кривая относящаяся к случаю статической деформации, всеми своими точкам лежит выше кривой, соответствующей динамической деформации.

Максимальная ширина интерференционной линии при статическо деформации на 94 % превосходит ширину линии исходного (отожженного образца. В случае же динамической деформации это увеличение ширин интерференционной линии составляет только ~40 %. При рассмотрени рис. 1 видно, что развиваемые в металле кристаллитные искажения пр динамической деформации на 24 % меньше, чем при статической деформа ции. Объяснение этому явлению дается ниже.

На рис. 2 изображены графически результаты рентгенографическог определения остаточных искажений кристаллической решетки (элемен тарные искажения) для статически и динамически деформированны образцов алюминия.

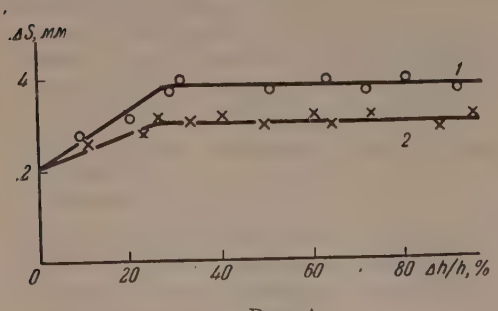


Рис. 1

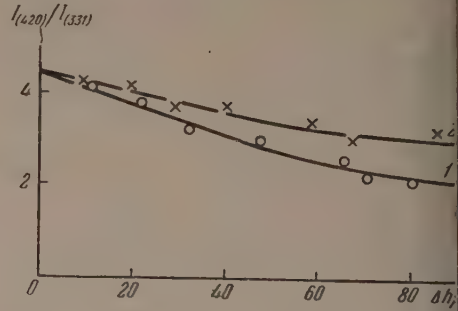


Рис. 2

Рис. 1. Зависимость ширины K_α-дублета от степени деформации для Al: *1* — пр статической деформации, *2* — при динамической деформации

Рис. 2. Зависимость отношения интенсивностей линий от степени деформации дл Al : *1* — при статической деформации, *2* — при динамической деформации

Элементарные искажения кристаллической решетки достигают зна чительной величины с увеличением степени деформации и продолжаю свой рост вплоть до 60 % деформации, после чего их значение стабили зируется. В случае статической деформации отношение интенсивносте интерференционных линий $I_{(420)}/I_{(331)}$ изменилось на 40 % по сравнени с исходным значением для недеформированного образца. В случае дина мической деформации предельное изменение отношения интенсивност линий на 29 % меньше, чем в случае статической деформации. Следова тельно, для алюминиевых образцов кристаллитные искажения и элемен

арные искажения кристаллической решетки при динамической дефор-ации меньше, чем при статической.

Сталь марки Ст. 2. На рис. 3 изображена зависимость ширины нтерференционной линии Ст. 2 от степени деформации. В начальной ста-ии деформации, примерно до 30 %, наблюдается рост кристаллитных скажений; в дальнейшем, при увеличении деформации, они не меняются. редельное значение ширины интерференционной линии превышает ирину интерференционной линии исходного образца в случае статичес-ой деформации на 110 %, а в случае динамической деформации — только

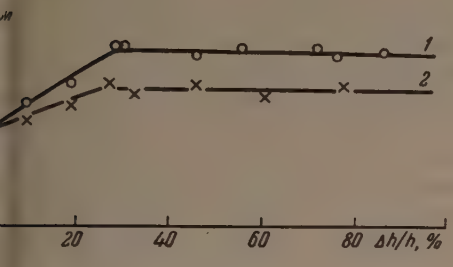


Рис. 3

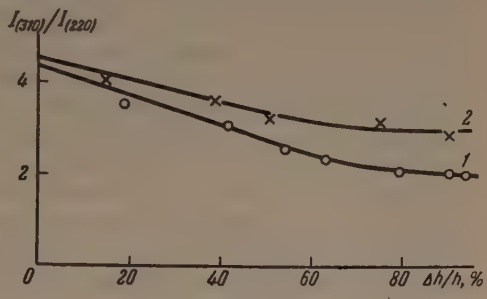


Рис. 4

ис. 3. Зависимость ширины линии K_α-дублета от степени деформации для Ст. 2: *1*— при статической деформации, *2* — при динамической деформации

Фиг. 4. Зависимость отношения интенсивностей линий от степени деформации Ст. 2 : *1* — при статической деформации, *2* — при динамической деформации

а 56 %. При динамической деформации кристаллитные искажения мень-е, чем при статической, на 26 % и стабилизация начинается несколько аньше (с 25 %).

На рис. 4 графически представлена зависимость отношения интенсив-остей интерференционных линий $I_{(310)}/I_{(220)}$ от степени деформации при татической и динамической деформациях. Отношение интенсивностей нтерференционных линий в случае статической деформации падает то соответствует росту элементарных искажений кристаллической ешетки) до 84 % деформации, изменяясь на 53 % по сравнению с исход-

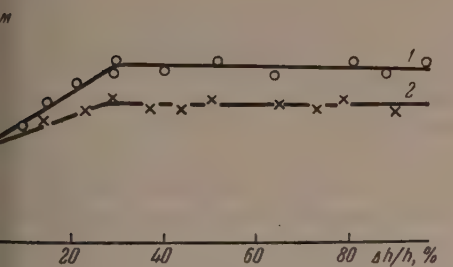


Рис. 5

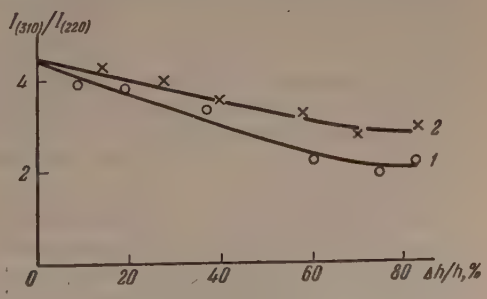


Рис. 6

ис. 5. Зависимость ширины линии K_α-дублета от степени деформации для стали У8: *1* —при статической деформации. *2*— при динамической деформации

ис. 6. Зависимость отношения интенсивностей от степени деформации для стали У8: *1* — при статической деформации, *2* — при динамической деформации

им отожженным состоянием. В случае динамической деформации стаби-изация искажений кристаллической решетки начинается раньше (с 65 % формации) и принимает значения, на 10 % меньшие, чем для случая атической деформации.

Сталь У 8. На рис. 5 изображена зависимость изменения ширины нтерференционной линии от степени деформации стали У8. Полученные ивые характерны для изменения кристаллитных искажений. При малых

степенях деформации наблюдается их рост, а начиная с 30—40% дефор мации наблюдается стабилизация искажений. В случае статического деформирования превышение ширины интерференционной линии по сравнению с исходным состоянием составляет 90 %, а в случае динами ческого деформирования — 50 %. Сравнивая обе кривые между собой можно сказать, что кривая для статической деформации лежит выш кривой для динамического сжатия и максимальное значение ширины интерференционной линии для первой кривой превышает на 26% зна чение ширины интерференционной линии для второй кривой.

На рис. 6 показана зависимость величины отношения $I_{(310)}/I_{(220}$ от степени деформации. Уменьшение величины отношения проис ходит сначала пропорционально степени деформации образца. Прибли зительно начиная с 70% деформации наблюдается стабилизация значени отношения интенсивностей интерференционных линий. Величина этог отношения при статической деформации уменьшилась на 55%, при дина мической деформации — на 38% по сравнению с исходным состоянием

При динамической деформации значение отношения интенсивносте превышает значение этой же величины при статической деформации н 36 %. Это свидетельствует о том, что элементарные искажения кристалли ческой решетки при динамической деформации меньше, чем при ста тической.

Техническое железо. На рис. 7 и 8 приведены зависимост ширины интерференционной линии и отношения интенсивностей $I_{(310)}/I_{(220}$ от степени деформации для динамически деформированного железа

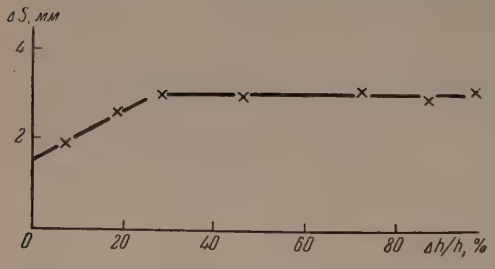


Рис. 7

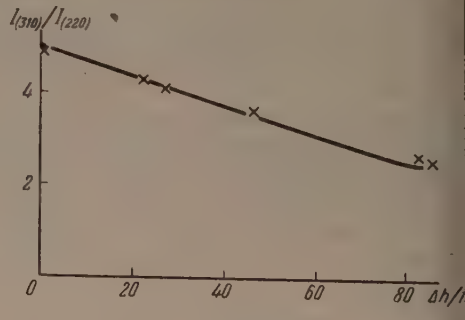


Рис. 8

Рис. 7. Зависимость ширины линии K_α-дублета от степени деформации для динами чески деформированного железа

Рис. 8. Зависимость отношения интенсивностей от степени деформации для динамически деформированного железа

Полученные кривые принципиально ничем не отличаются от кривых приведенных ранее. Прекращение роста ширины интерференционной линии приостанавливается при 30% деформации, и ширина достигае 175 % от ширины исходного состояния. Также наблюдается уменьшени отношения интенсивностей линий до 70% деформации. Минимально значение этого отношения на 44% меньше исходного, соответствующег отожженному образцу.

Рассмотренные результаты рентгенографического исследования по зволяют сделать некоторые обобщения. Так, на основании приведенных выше данных становится ясным, что при статической деформации рос остаточных искажений происходит только в пределах до 30% деформа ции, дальнейшее увеличение статической нагрузки не вызывает никакого роста остаточных искажений. Следовательно, все микроискажени в кристаллитах заканчиваются в указанном пределе деформации, и, несмот ря на прогрессирующий рост внешней нагрузки, дальнейших искажени не происходит. Что касается динамической деформации, то последня

акже вызывает ограниченный рост остаточных искажений в кристалли-ах; при этом предел роста этих искажений у разных металлов колеблется олько до 25—40 % остаточной деформации. Таким образом, на большом ксперимептальном материале мы показали, что разрушение различных еталлов и сплавов не может быть объяснено непосредственным действием ристаллитных искажений. Но в то же время эти искажения создают еобходимую основу для возникновения искажений атомной кристалличе-ской решетки, которые в значительной степени обусловливают разру-ение маталлов. Если сравнить предельное размытие интерференционных инний на рентгенограммах, полученных со статически и динамически еформированных образцов, легко заметить, что при динамической дефор-ации предельное размытие интерференционной линии будет на 25—30 % иже, чем при статической деформации. Следовательно, при динамической еформации, даже при самых больших степенях деформации, кристаллит-ые искажения никогда не достигают таких больших значений, как в слу-ае статических деформаций.

Это явление может быть объяснено своеобразным тепловым отдыхом. а короткое время удара образовавшееся и концентрирующееся в местах формации (по плоскостям скольжения) тепло не может быть отведено поэтому расходуется на частичное снятие тех искажений, которые озникают в процессе деформации. Таким образом, происходящий своеоб-азный тепловой отдых деформированного металла приводит к частичному нятию кристаллитных искажений.

При статической же деформации, протекающей за значительно больший ромежуток времени, образующееся по плоскостям скольжения тепло егко рассеивается, так как за сравнительно длительный промежуток ремени отвод тепла не является затрудненным.

Элементарные же искажения кристаллической решетки продолжают азвиваться и после прекращения роста кристаллитных искажений, и их абилизация наступает лишь при довольно больших степенях деформа-ии: в случае статической деформации — при 50—85 % и в случае дина-ической деформации — при 50—70 %.

Нужно отметить, что рост элементарных искажений кристаллической шетки прекращается еще задолго до разрушения металла; их стабили-ция наступает тогда, когда внешняя деформация еще увеличивается. равнение хода роста остаточных искажений кристаллической решетки я статической и динамической деформации для всех металлов указы-ет на то, что при динамической деформации величина остаточных иска-ений кристаллической решетки меньше, чем при статической. Этот ре-ультат также может быть объяснен влиянием температурного отдыха. о тепло, которое концентрируется по плоскостям скольжения в деформи-ванном образце при ударе, препятствует созданию устойчивых искаже-й кристаллической решетки.

Возможность значительного повышения температуры образца при его инамическом диформировании подтверждается, как известно, рядом следований. Следовательно, при динамической деформации никогда может быть достигнута такая степень искажения атомной кристалли-ской решетки, как при статической деформации, что имеет большое рактическое значение.

Выводы

На основании большого экспериментального материала, приведенного татье, и полученных нами закономерностей для остаточных искажений, звивающихся при статической и динамической деформации, можно елать следующие выводы.

1. Сравнение кривых, характеризующих зависимости остаточных кажений от степени деформации, показывает, что в случае статической

деформации остаточные искажения, как кристаллитные, так и элемен тарные, оказываются больше, чем в случае динамической деформации

2. Уменьшение остаточных искажений для случая динамической д формации следует объяснить своеобразным тепловым отдыхом, так ка ввиду затрудненного отвода тепла за короткий промежуток времени удар образовавшееся тепло не успевает рассеиваться и расходуется на отдь деформированного маталла. В случае статической деформации влияни теплового отдыха значительно меньше и остаточные искажения дост гают большей величины.

3. Так как остаточные искажения кристаллической решетки прекр щают свой рост еще задолго до излома деформированного образца, нельзя считать эти искажения непосредственной причиной излома мета ла, хотя они и подготавливают излом, так как вызывают нарушени межкристаллитных связей в деформированном образце.

Ленинградский
инженерно-экономический институт
им. В. М. Молотова

Цитированная литература

1. Давиденков Н. Н., Терминасов Ю. С., ЖТФ, 7—8, 14 (1944).
2. Терминасов Ю. С., Гасилова Е. Б., в Сб. «Применение рентгеновски лучей к исследованию материалов».— Машгиз, Л., 1945.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

М. Я. ФУКС, Н. В. СЛОНОВСКИЙ и Л. И. ЛУПИЛОВ

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЯВЛЕНИЙ, СОПРОВОЖДАЮЩИХ ДЛИТЕЛЬНОЕ РАСТЯЖЕНИЕ СТАЛИ ПРИ ПОВЫШЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

В данной работе определялись микронапряжения ($\Delta d/d$) и величина локов при растяжении стали вплоть до разрушения при 20, 300 и 500° условиях кратковременного (т. е. обычно применяемого на разрывных ашинах) и длительного приложения нагрузки (в течение 100÷200 час. на ашинах ИП-2 для испытания на ползучесть). Ранее [1] на той же стали при помощи той же методики были исследованы изломы образцов, под-ергнутых ударному хрупкому разрушению. Это позволяет оценить зна-имость процессов возникновения микронапряжений и дробления блоков подготовке металла к разрушению при различных условиях деформа-ии: температур — комнатной и 500°, ударного, статического и длитель-ого приложений нагрузки. К концу этого ряда примыкает работа .М. Ровинского и Л. М. Рыбаковой [2]. В серии работ Вуда [3] и Гринаф Смита [4] также изучались подобные вопросы по виду пятен на рент-енограммах.

Представляло интерес выяснить, какие рентгенографические признаки опровождают снижение прочности стали при увеличении длительности риложения нагрузки, если напряжение выше предела текучести.

Материал и методика

Основные измерения проводились на кованой стали марки 35ХНМ; ополнительные — на Ст. 20. Изготовлялись плоские образцы специаль-ой формы. Скорость усредненного относительного удлинения изменялась т 4 до 0,005 % в минуту.

Рентгеносъемки проведены без вращения в цилиндрической камере 57,3 мм в излучении железа, а также на плоскую пленку при обратной ъемке в излучении хрома и кобальта. Линии на рентгенограммах для тали 35ХНМ — сплошные.

Учет влияния геометрических условий съемки и разделение эффектов исперсности и микронапряжений произведено тремя методами: а) Делин-ера и Кохендорфера [5], б) Г. В. Курдюмова и Л. И. Лысака [6], в) гар-оническим анализом кривой интенсивности [7].

Результаты и их обсуждение

Углеродистая сталь. Наблюдается соответствие между заимным расположением кривых рис. 1 и изменением механических войств Ст.20 при повышенной температуре [8].

При 300° предел прочности более высокий, а удлинение и сжатие олее низкие, чем при 20 и 500°. Это соответствует большему упрочнению большим структурным нарушениям. Но и при температуре деформации 00°, достаточно высокой для развития процесса отдыха в углеродистой тали, кратковременное растяжение сопровождается заметным расши-ением интерференционных линий. Увеличение длительности нагружения о ~200 час при 300° не вносит радикальных изменений по сравнению кратковременным растяжением.

На образцах, деформированных при 500° в течение 104 час, набл
дается резкое расщепление дублета вплоть до ε = 100 %. Только пр
ε = 130 % замечается слабое размытие дублетных линий. Следовательн
длительная деформация углеродистой стал
при 500° заметно отличается от кратковреме
ного растяжения при той же температур
дробление блоков и микронапряжения разв
ваются весьма слабо.

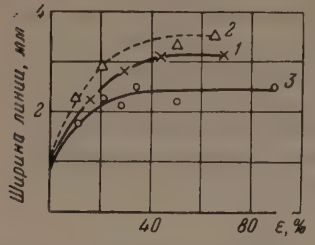


Рис. 1. Зависимость ширины линии (310) от степени деформации ε и температуры деформации (кратковременного растяжения) углеродистой стали: *1*—20°, *2* — 300°, *3*—500°

С т а л ь 35ХНМ. Из приведенных
рис. 2 результатов измерения ширины лини
для основных режимов длительной и кратк
временной деформации видно, насколько силы
влияет длительность деформации при повышен
ных температурах на ход изменения ширин
линий (220) от степени деформации: снижени
длительности существенно смещает криву
вверх.

При длительности около 100 час ширин
линии (110) в пределах точности опыта не и
меняется во всем интервале деформации; средний линейный размер ког
рентных областей не изменяется по сравнению с исходным состоянием
Микронапряжения $\Delta d/d$ наблюдаются даже при длительности дефо
мации 96 час при 500°. Правда, величина их существенно меньше, че
при кратковременной деформации и не превышает 10^{-3}.

Гармонический анализ был нами произведен по линии (211) при обра
ной съемке в излучении хрома и по линии (220) на рентгенограмма
полученных в излучении железа с участков с одинаковым ε = 40 %.

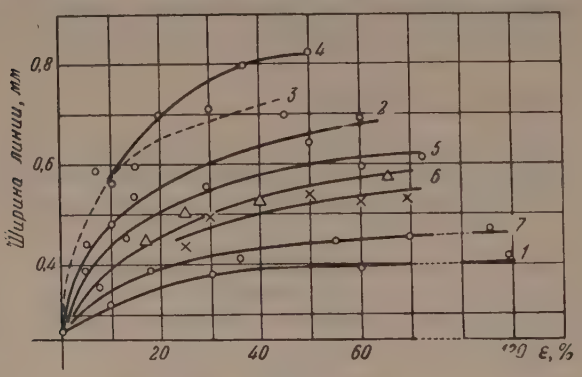


Рис. 2

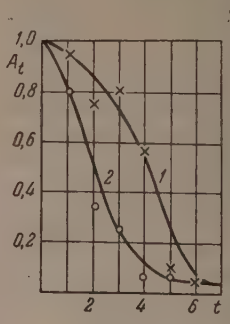


Рис. 3

Рис. 2. Зависимость ширины линии (220) от степени деформации ε и температуры дефо
мации стали 35ХНМ: *1*—*4*—кратковременное растяжение (*1*—при 600°, *2* — при 50
3 — при 300°; *4* — при 20°): *5* — *7* — длительное растяжение при 500° (*5*—1 час, *6*—
16 час, *7* —96 час)

Рис. 3. Результаты гармонического анализа по линии (211) (обратная съемка): *1* —
кратковременная деформация при 20°, *2* — длительная деформация при 500° в тече
ние 16 час

Из рис. 3 видно, что ход зависимости A_t от t, по идее метода характ
ризующий роль фрагментации и микронапряжений, при длительност
деформации в течение 16 час при 500° отличается от хода зависимост
для кратковременного разрыва при 20°. В обоих случаях имеется нал
жение микронапряжений и дробления кристаллитов, но в случае длител
ного нагружения при 500° роль дробления по сравнению с микронапр
жениями меньше. Из полученной зависимости среднеквадратичног
смещения $\sqrt{\overline{\Delta L^2}}$ от длины столбика L (рис. 4) видно, что на начально
участке кривой значение $\sqrt{\overline{\Delta L^2}}/L$, характеризующее деформацию реше

и для образца, подвергнутого холодному разрыву, почти вдвое больше $3 \cdot 10^{-4}$ и $7{,}5 \cdot 10^{-4}$), чем для образцов, подвергнутых длительному разрыву при 500°. Эти значения близки к полученным по способу Лысака Делингера.

Длина L столбика (если принять ее направленной нормально к отражающим плоскостям), на которой деформация решетки равномерна («область однородности» деформации), определена на рис. 4 по точке перехода в горизонтальный участок кривой. Эта длина равна 300 kX для холодного кратковременного деформирования и 400 kX — для длительного при 500°. Эта длина сравнима с размером когерентных областей.

Указанные выше участки образцов сняты также в цилиндрической камере ϕ 57,3 мм в излучении железа и рентгенограммы обработаны по способам Л. И. Лысака [6] и Делингера [5].

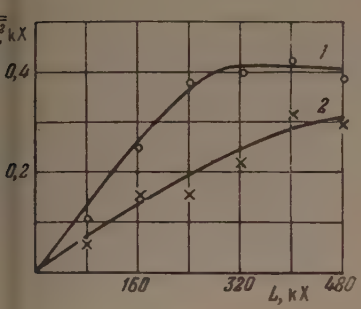


Рис. 4

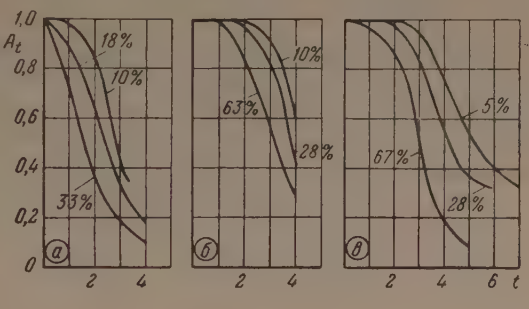


Рис. 5

ис. 4. Зависимость среднеквадратичного смещения от длины столбика: *1* — холодная кратковременная деформация, *2* — длительная деформация при 500°

ис. 5. Результаты гармонического анализа по линии (220): *а* — кратковременная деформация при 20°; *б* — при 500°, 1 час; *в* — при 500°, 96 час

Из таблицы следует, что наличие микронапряжений и измельчение когерентных областей (и «областей однородности» деформации) в стали 35ХНМ после растяжения при 20 и 500° подтверждается тремя методами обработки рентгенограмм. Размеры «областей однородности» деформации,

Зависимость размеров мозаичных блоков и микронапряжений от характера деформации у образцов стали 35ХНМ

Характер деформации	По методике Делингера		По методике Курдюмова и Лысака		По гармоническому анализу	
	Λ^*, kX	$\frac{\Delta d}{d} \cdot 10^4$	Λ, kX	$\frac{\Delta d}{d} \cdot 10^4$	L при однородной деформации	$\frac{\sqrt{\overline{\Delta L^2}}}{L} \cdot 10^4$
Кратковременная деформация, 20°	350	6,7	750	18	300	13
500°, 1 час	380	6,1	510	16	400	9
500°, 16 час	510	3,8	—	10	400	7

йденные методом гармонического анализа, близки к размеру когерентных областей, найденному по способу Делингера, как по величине, так по относительному различию между образцами. В отношении величины икронапряжений в исследованных образцах результаты, полученные рмоническим анализом, превышают результаты по способу Делингера

* Λ — линейный размер мозаичных блоков.

ориентировочно вдвое, но они ниже результатов, полученных по спо
собу Л. И. Лысака*.

Для каждого образца (рис. 5) с увеличением степени остаточной дефор
мации кривая A_t проходит все ниже и производная $\left(\frac{dA}{dt}\right)_{t=0}$ все боле
отличается от нуля. Это указывает на возрастающую роль фрагментаци
когерентных областей в диффракционном расширении линий. Ход кривы
для образца, подвергнутого длительной деформации, существенно иной
чем для образца, подвергнутого холодной кратковременной деформации
и указывает на бо́льшую роль микронапряжений и меньшую роль фраг
ментации в общем диффракционном расширении линии. Такое же влия
ние температуры и длительности деформации было замечено также
Ровинским и Рыбаковой при исследовании быстрой ползучест
стали ЭЯ1Т [2].

Напомним, что рентгенограммы были сняты нами после окончани
процесса деформации; поэтому наблюдаемые эффекты являются резуль
татом совместного действия деформирования и длительного пребывани
при повышенной температуре, и если происходит частичное «восстано
вление» структуры, то его можно не уловить. Из этих соображений пред
ставляло бы интерес исследовать образцы в процессе деформации. Однак
трудно ожидать укрупнения блоков при 500°; если оно и происходит
то во всяком случае менее интенсивно, чем снятие микронапряжений (см
например [6, 91]). Более того, замечено, что длительное пребывание кре
пежной стали при 450—500° под напряжением ниже предела текучест
приводит даже к некоторому измельчению блочной структуры. Поэтом
есть основание считать, что замеченные в данной работе различия в степе
ни дробления действительно отражают различия в механизме длитель
ной и кратковременной деформации.

Заключение

Рентгенографически обнаруживаются существенные различия в измель
чении когерентных областей и величине микронапряжений в зависимост
от скорости деформации и температуры.

При кратковременном пластическом растяжении стали марок Ст.2
и 35ХНМ со средней скоростью около 4 % остаточного удлинения в 1 ми
при 20, 300 и 500° измельчаются когерентные области и возникают микро
напряжения. При 500° эти процессы происходят менее интенсивно, н
вполне заметно даже в углеродистой стали.

Переход от кратковременного к длительному пластическому деформи
рованию со средней скоростью 0,005 ÷0,1 % в 1 мин для углеродисто
стали не оказывает влияния на напряженность кристаллов при 300°
но существенно уменьшает ее при более высоких температурах. В Ст.20
деформированной при 500°, микронапряжения не наблюдаются даже пр
остаточном удлинении 150 %, а измельчение основной массы кристалли
тов не улавливается.

Для стали 35ХНМ указанное снижение скорости растяжения с 4 д
0,01 % в 1 мин в условиях деформирования при 500° приводит к умень
шению микронапряжений примерно вдвое.

Повышение температуры до 600° при кратковременном растяжени
влияет на величину возникающих микронапряжений сильнее, чем ука
занное снижение скорости деформирования при 500°. Однако снижени
скорости деформации сильно сказывается на дроблении кристаллитов
Если при большой скорости деформации при 20° и даже при 500° наб

* Согласованность результатов, полученных при помощи трех методов, не озна
чает, что излишне применять метод гармонического анализа. Последний позволяет по
лучить новые ценные сведения и выявить более тонкие детали, которые не выявляются
двумя другими методами.

дается значительное, почти одинаковое дробление, а микронапряжения повышением температуры уменьшаются, то после длительной деформации и 500° дробление вообще не обнаружено, а микронапряжения сохраются на заметном уровне, но существенно меньшем, чем при кратковременной деформации ($\Delta d/d \approx 10^{-3}$). Наоборот, при ударном хрупком разрушении обнаруживается значительное измельчение блоков, а микронапряжения улавливаются [1].

Разрушение металла при растяжении подготавливается фрагментацией возникновением микронапряжений по-разному не только в разных материалах, но и для одного и того же материала, если изменяются условия деформирования, например длительность действия нагрузки и температура.

Известно, что при замедленной деформации под действием напряжений, превышающих предел текучести, прочность существенно снижается. обстоятельство, что фрагментация при этом происходит слабо или все не наблюдается, указывает, вероятно, на то, что процесс дробления очной структуры обусловливает упрочнение, предшествующее разрушению. При статических нагружениях в условиях комнатной температуры агментация значительно уже в начальной период деформации и, по внению с длительным приложением нагрузки в условиях повышенных ператур, способствует более высокой прочности.

Харьковский турбинный завод
им. С. М. Кирова

Цитированная литература

Фукс М. Я., Дьяченко С. С., Изв. АН СССР, Серия физич., **15**, 106 (1951).
Ровинский Б. М., Рыбакова Л. М., Изв. АН СССР, ОТН, *9*, 1241 (1953).
Wood W. A., Rachinger W. A., J. Inst. Metals, **76**, 237 (1949); Wood W. A., Scrutton R. F., Ibid., **77**, 423 (1950); Wood W. A., Wilms C. R., Rachinger W. A., Ibid., **79**, 159 (1951).
Greenough G. B., Smith E. M., J. Inst. Metals, **77**, 435 (1950); Greenaugh G. B., Bateman C. M., Smith E. M., Ibid., **82**, 545 (1952).
Oehlinger U., Kochendorfer A., ZS. f. Metallkunde, **31**, 231 (1939).
Лысак Л. И., в Сб. «Вопросы физики металлов и металловедения», № 3, стр. 28.— Изд. АН. УССР, 1952.
Гинес Б. Я., Березняк Н. Г., ЖТФ, 24, 329 (1954).
«Конструкционные стали», Справочник, т. I, под ред. Н. Т. Гудцова, стр. 99.— Металлургиздат, М., 1947.
Курдюмов Г. В., Лысак Л. И., в «Сборнике научных работ лаборатории металлофизики АН УССР», стр. 53, 1948.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 19

Л. М. РЫБАКОВА

РЕНТГЕНОАНАЛИЗ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В МЕТАЛЛ ПРИ ПОЛЗУЧЕСТИ

1. В ранее опубликованной работе [1] было показано, что на рентге граммах поликристаллических образцов, испытанных на ползучесть, наруживается размытие интерференционных пятен и линий. Это сви тельствует о структурных изменениях в металле и интерпретируется процесс дробления блоков и накопление микронапряжений. В настоящ работе проводится качественный рентгеноанализ структурных изменен в образцах из малоуглеродистой стали, испытанных на ползучесть и р тяжение при повышенной и комнатной температурах.

2. Исследовались образцы, изготовленные из армко-железа нормальн химического состава. Испытывались круглые образцы ϕ 8,0 ÷ 10,0 мм расчетной длиной 80 и 180 мм. Перед испытанием образцы отжигалис вакуумной печи при 800° в течение 2 час.

Ратяжение образцов производилось на 4-тонной машине с обыч скоростью (1,2 мм мин$^{-1}$) до деформаций около 12%. При этом одни разцы растягивались при комнатной температуре, а другие—при 45 После каждой ступени растяжения производилась рентгеносъемка верхности с участка на середине образцов.

Испытания на ползучесть производились в машине ИП-2 при т пературе 450° и различных нагрузках в продолжение 500 час и более. пытывались образцы ϕ 10,0 мм и расчетной длиной 180 мм. Деформаци период ползучести оценивалась по индикаторам машины. Результаты ис тания представлялись графически в виде кривых $\varepsilon(t)$. Когда деформа образца достигала прямолинейного участка кривой ползучести, испы ние прекращалось. Образец разгружался и после охлаждения с пе исследовался рентгенографически. После рентгенографического иссле вания образец вновь устанавливался в машину ИП-2, где испытание на п зучесть продолжалось. Перед испытанием и после полного оконча испытания на ползучесть образец также подвергался рентгенограф скому исследованию.

На испытательные образцы наносились метки на расстоянии расчет длины. Расстояние между метками измерялось до испытания и по каждого этапа растяжения. На образцах, испытывавшихся на пол честь, измерением по меткам контролировалась величина деформа полученная по индикаторам. Перед рентгеносъемками образцов, испы ных при повышенной температуре, с их поверхности снимался элек литическим травлением окислившийся слой.

Рентгенограммы с образцов получались в камере для обратных мок с излучением от кобальтового анода электронной трубки. Пу лучей от трубки ограничивался первой диафрагмой ϕ 0,6 мм и второй 1,0 мм. Съемка производилась на полную плоскую кассету. Образец и пл ка в период съемки были неподвижны и расстояние между ними сохра лось постоянным и равным около 80 мм. Площадь облучения во всех с ках сохранялась постоянной — около 2,5 мм^2. Рентгенографически следовался приблизительно один и тот же участок поверхности обра

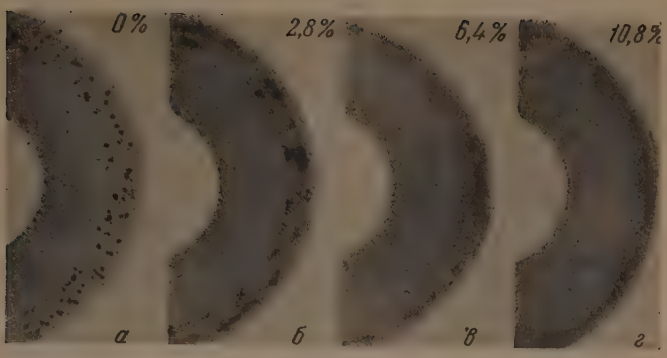


Рис. 1. Рентгенограммы от образца армко-железа, растянутого при комнатной температуре, с разной степенью деформации

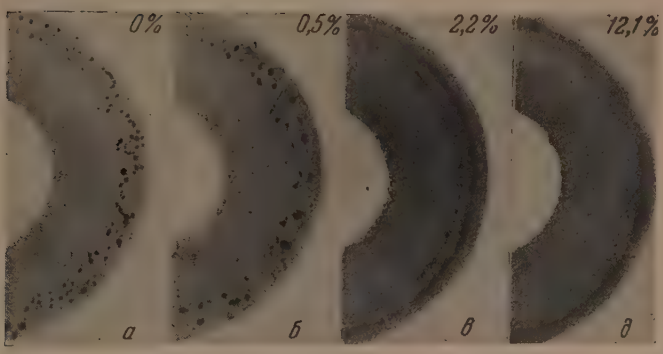
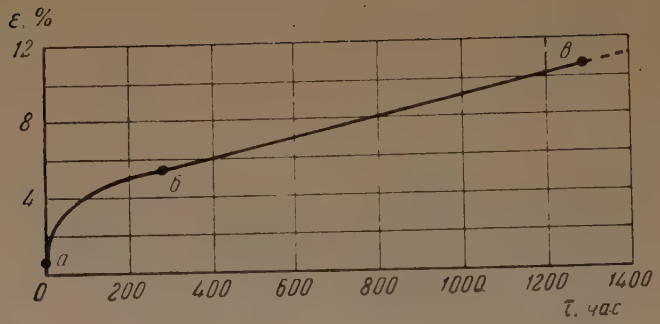


Рис. 2. Рентгенограммы от образца армко-железа, растянутого при температуре 450°, с разной степенью деформации



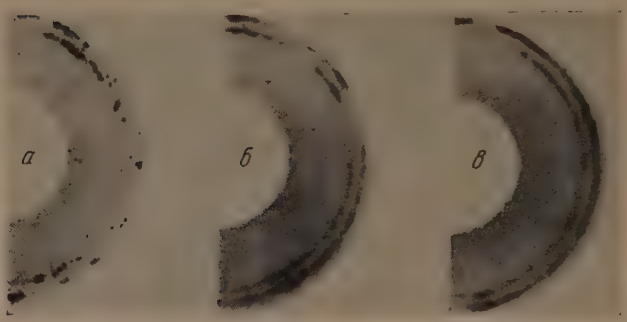
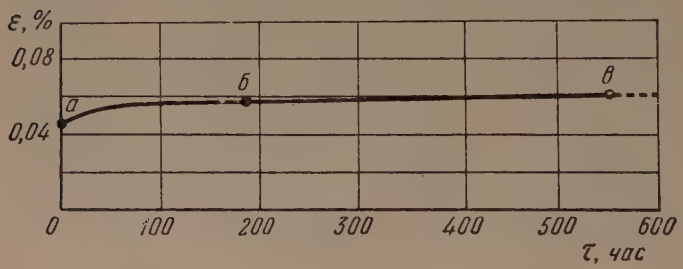


Рис. 3. Рентгенограммы от образца армко-железа, испытанного на ползучесть при $t = 450°$ и при нагрузке $\sigma = 8$ кг мм$^{-2}$: *а* — до испытания, *б* — во время испытания, *в*—после испытания. Вверху дана кривая деформации, точки на ней соответствуют рентгенограммам



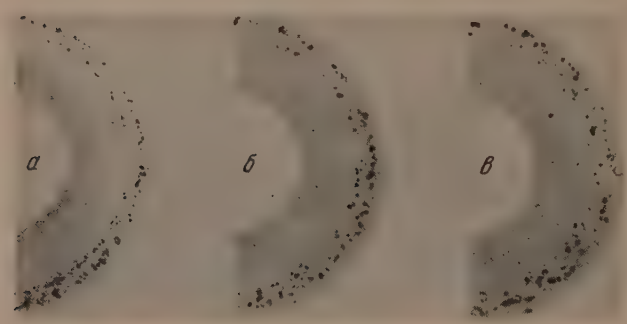


Рис. 4. То же, что на рис. 3, но при нагрузке $\sigma = 6$ кг мм$^{-2}$

3. На рис. 1 (см. вклейку *VIII*) представлены полученные описанным ше способом рентгенограммы от образца из армко-железа, растянутого комнатной температуре с обычной скоростью деформации. Рентге-раммы эти показывают, что размытие интерференционных пятен с том деформации возрастает, и при 10,8% интерференционное кольцо новится почти сплошным. Интересно отметить, что наблюдается вне-ное размытие интерференционных пятен при деформации образца ло 2,8%. Последнее согласуется с экспериментальными данными о чкообразном характере пластической деформации стальных образцов на площадке текучести. При дальнейшем увеличении пластической ормации происходит постепенное размытие интерференционного коль-на рентгенограмме. Рентгенограммы образца, растянутого при тем-ературе 450°, представлены на рис. 2 (см. ту же вклейку).

Возрастание размытия интерференционного кольца с ростом деформа-и при 450° аналогично наблюдаемому при деформации при комнатной пературе, однако у образца, растянутого при 450°, можно отметить дующие особенности. Рентгенограмма рис. 2, *б* показывает незначи-ьное размытие интерференционных пятен. Последнее свидетельствует ом, что при растяжении армко-железа при температуре 450° внезапный чок размытия интерференций отсутствует или происходит по крайней ре при деформации $\sim 0{,}5\%$.

Общее размытие интерференционного кольца меньше, чем у образца, тянутого при комнатной температуре. Если при растяжении при 450° 12,1% (рис. 2, *д*) интерференционные кольца имеют четкий рисунок, то растяжении при 20° до 10,8% (рис. 1, *г*) дублет размыт. Так как раз-тие линий определяется величиной блоков и величиной микронапря-ний, следовательно, при растяжении при повышенной температуре ки дробятся до большей величины, а микронапряжения имеют мень-е значение при той же деформации образца [3]. Наконец, следует ратить внимание на рентгенограмму рис. 2, *в* и сопоставить ее с нтгенограммой рис. 1, *б*. Интерференционные кольца рентгенограммы разца, растянутого до 2,2% при 450°, являются более равномерными интенсивности, чем кольца на рентгенограмме образца, растяну-го до 2,8% при комнатной температуре. Последнее свидетельствует ом, что дробление зерен при деформации при повышенной темпера-ре приводит уже при 2% остаточной деформации к такой дезориента-и блоков, что интерференционное кольцо становится равномерным по тенсивности (под дезориентацией следует понимать поворот блоков утри кристаллических зерен и, следовательно, возрастание мозаично-кристаллитов).

На рис. 3 и 4 (см. ту же вклейку) представлены типичные кривые де-рмации образцов, испытанных на ползучесть при температуре 450° и напряжении 8 и 6 кг мм$^{-2}$ до 1270 час и 560 час соответственно. На их же рисунках приводятся рентгенограммы этих образцов, получен-е перед испытанием (*а*), в период испытания (*б*) и после окончания ис-тания (*в*).

Рассмотрим представленную картину и сопоставим ее с картиной для ычного растяжения при комнатной и повышенной температурах. На нтгенограмме рис. 3, *б* интерференционные пятна размыты, т. е. в об-зце за период времени от *а* до *б* при ползучести протекали процессы, добные тем, которые протекают при обычном растяжении, по крайней ре в той степени, как это можно судить по наличию размытия интерфе-нций, однако на рентгенограмме *б* интерференционные кольца еще ра-ованы и являются неравномерными по интенсивности, хотя деформация разца уже достигла более 5%.

Интерференционная картина на этой рентгенограмме соответствует ртине растяжения образца при 450° с обычной скоростью и остаточной формацией около 2,2% (рис. 2, *в*). Рентгенограмма рис. 3, *в*, получен-

ная после дальнейшего испытания образца на ползучесть до деформац 10%, показывает более равномерное распределение интенсивности кольцам. Размытие линий на ней подобно размытию на рентгенограм рис. 3, *б*. При сопоставлении рентгенограммы рис. 3, *в* с рентгенограмм ми от образца, растянутого с обычной скоростью при 450°, оказывается что подобная интерференционная картина наблюдается в последнем сл чае при примерно 3% остаточной деформации.

Таким образом, экспериментально показано, что в области неуст новившейся ползучести в армко-железе при 450° происходит дроблен блоков и накопление микронапряжений, т. е. происходит сдвигов деформация. Однако в количественном отношении накопление деформац за счет сдвиговых процессов при ползучести составляет 30—40% средней деформации образца, растянутого с обычной скоростью при т же температуре испытания. Остальная деформация в образце накапл вается, повидимому, за счет других процессов и в первую очередь, к нам кажется, за счет взаимного перемещения зерен и элементов субстру туры, т. е. процесса «вязкого» течения. Последнее особенно хорошо н блюдается в области условного второго участка ползучести, где равн мерное по интенсивности кольцо на рентгенограмме свидетельствует значительном перемещении элементов субструктуры во времени. Кро указанных процессов, деформация при ползучести определяется, вероятн влиянием отдыха, диффузионными и другими процессами, которые сп циально нами не исследовались и потому здесь не обсуждаются.

На рис. 4 представлены рентгенограммы образца, деформирова ного в условиях ползучести с практически очень малой скоростью по зучести. На рентгенограмме рис. 4, *б* заметно некоторое уменьшение к личества пятен по сравнению с рентгенограммой образца до начала исп тания, но пятна несколько укрупнены и имеют небольшое размыти подобное более заметному на рентгенограмме рис. 2, *б*. При дальнейше испытании на ползучесть отмеченное размытие пятен несколько умен шается. Других каких-либо изменений на рентгенограмме рис. 4, *в* наблюдается. В целом рентгенограммы показывают, что длительное во действие (400 час) температуры 450° не оказывает заметного влияния структуру армко-железа. Что касается структурных изменений при сто малой скорости ползучести, то они невелики и требуют применения др гой, более чувствительной методики исследования.

4. Рентгенографическое исследование структурных изменений при по зучести малоуглеродистой стали при температуре 450° со скорость деформации $10^{-2} \div 10^{-3}$% в 1 час и сопоставление их с изменениями пр деформации с обычной скоростью при комнатной и повышенной темпер турах показало, что при ползучести, особенно в первый период, имек место процессы, аналогичные тем, которые наблюдаются при деформаци с обычной скоростью. В количественном отношении структурные изм нения, оцениваемые по размытию интерференционных пятен, значительн отстают от прогрессирующей деформации ползучести.

Пользуюсь случаем выразить глубокую благодарность Б. М. Рови скому за руководство работой.

Институт машиноведения
Академии наук СССР

Цитированная литература

1. Ровинский Б. М., Рыбакова Л. М., Изв. АН СССР, ОТН, *9*, 12 (1953).
2. Иванова В. С., ДАН СССР, *94*, *2*, 217 (1954).
3. Ровинский Б. М., Рыбакова Л. М., Изв. АН СССР, ОТН, *10*, 14 (1952).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

М. Я. ФУКС и Г. В. ДОБРОВОЛЬСКАЯ

О ВЛИЯНИИ ТЕКСТУРЫ НА ИНТЕНСИВНОСТЬ ИНТЕРФЕРЕНЦИОННЫХ ЛИНИЙ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ МАССИВНЫХ ДЕФОРМИРОВАННЫХ ОБРАЗЦОВ

Благодаря работам Г. В. Курдюмова и его школы в последние годы все в большем числе исследований рентгенографически изучаются микроискажения в кристаллической решетке путем наблюдения за изменением интенсивности линий на рентгенограммах. Целесообразно оценить, насколько существенно влияние текстуры в массивных (т. е. не в порошковых), особенно плоских, образцах на соотношение интенсивности линий, даже если сравниваются линии разных порядков, например (110) и (220). Сравнение этих линий допустимо при наблюдении за шириной интерференционных максимумов; при оценке же интенсивности оно законно лишь в одном специальном случае, именно, когда в проволочных образцах имеется аксиальная текстура с осью [110] и съемка ведется перпендикулярно к оси текстуры.

К сожалению, в некоторых опубликованных работах [1, 2], а также в нескольких докладах на данном Совещании это обстоятельство не учитывалось, хотя влияние текстуры на вид рентгенограммы давно хорошо изучено. Заметим, что вращение образца или пленки в общем случае не устраняет влияния текстуры.

Методика

Образцы хромоникельмолибденовой стали были пластически деформированы путем линейного растяжения при комнатной и при повышенной температурах в условиях кратковременного и длительного приложения нагрузки. Были исследованы участки с различной остаточной деформацией, вплоть до 150% остаточного удлинения.

Образцы и условия деформации

Клеймо образца	Характер деформации	Температура деформации, °С	Длительность приложения нагрузки, часы
П-34	Кратковременное растяжение	20	—
П-1	Длительное растяжение	500	16
П-5	То же	500	96

В качестве образца в исходном состоянии, с которым сравнивались в последующем все деформированные образцы, был взят недеформированный участок у головки образца П-5. Съемки производились в излучении железного и хромового анодов с острофокусной трубкой системы Линеса в камере ϕ 57,3 мм. На внутреннюю щель коллиматора наклеивалась железная фольга толщиной около 0,01 мм для получения эталонных линий железа для целой серии съемок. Образец устанавливался в камере

так, что ось деформации лежала в одной плоскости с направлением первичного пучка и с экватором пленки. Производилась также обратная съемка в излучении хрома с применением того же эталона; все линии на рентгенограммах были сплошные. Интегральная интенсивность линий оценивалась по отношению площадей, очерченных фотометрическими кривыми, для линий образца и для линии (110) эталона (K_α или K_β). Это отношение нами условно принято за абсолютную интенсивность линий. Проведено несколько дублирующих серий съемок.

Ось текстуры и степень ее совершенства определялись путем рентгенографирования на просвет в излучении молибдена тонких пластинок, вырезанных из участков образцов П-34 и П-5 с остаточным удлинением около 50% и затем протравленных.

Результаты и их обсуждение

В исходном состоянии текстура не была обнаружена. Ось текстуры пластически растянутых образцов имеет индексы [110], что согласуется с литературными данными [3] о текстурах протяжки металлов с объемно-центрированной решеткой.

Угол рассеяния текстуры для холоднодеформированного образца составлял около $\pm$ 20°, а для длительного растяжения $\pm$16°. Такое различие в совершенстве текстуры подтверждено также путем измерения соотношения интенсивности пятен и интенсивности участков линии (110) между пятнами (на половине «кольцевого» расстояния между пятнами).

Влияние угла съемки β (т. е. угла между поверхностью образца и первичным пучком) иллюстрируется следующими относительными значениями множителя поглощения (ϑ—брегговский угол):

(hkl)	(110)	(200)	(211)	(220)
ϑ	28°	42°,5	56°	73°
$\beta = 28°$	0,5	0,64	0,68	0,65
$\beta = 90°$	—	—	0,27	0,45

Подсчет показал, что вызванное интенсивной холодной пластической деформацией образца П-34 дробление кристаллов приводит к заметному изменению коэффициента первичной экстинкции приблизительно на 12% только для линии (110). Для остальных же линий нельзя ожидать заметного влияния экстинкции.

Рассчитанные с учетом всех множителей интенсивности соотношения интегральной интенсивности линий хорошо согласуются с экспериментально полученными при съемке исходного (высокоотпущенного) образца под углом β, равным 28 и 90°. Это иллюстрируется следующими данными (излучение железа, $\beta = 28°$):

Данные	(110)	(200)	(211)	(220)
Рассчитанные	1	0,19	0,62	0,51
Экспериментальные	1	0,19	0,70	0,50

Изменения в интенсивности, наблюдаемые в результате изменения угла при съемке деформированных образцов, намного превышают те значения, которые дает учет поглощения.

Изменение интенсивности линий при изменении лишь угла съемки, если при этом фактор поглощения уже учтен, можно объяснить только наличием текстуры в деформированных образцах. Поэтому к неправильной оценке интенсивности может привести рентгенографирование по способу обратной схемки деформированных образцов при фиксированном положении образца по отношению к первичному пучку (например при перпендикулярности).

Результаты измерений могут также зависеть и от типа деформации, и от применяемого излучения. Так, при съемке исследуемых в данной работе образцов одноосного растяжения в излучении хрома при $\beta = 90°$ получено снижение абсолютной интенсивности линии (211) по сравнению с исходным высокоотпущенным состоянием:

Состояние образца	Степень деформации ε, %	Отношение интенсивностей $\frac{I_{(211)}\text{ образца}}{I_{(211)}\text{ эталона}}$
Исходное	—	0,245
Холоднодеформированное	45	0,10
Деформированное при 500° в течение 96 час	40	0,17

В случае прокатанного железа при аналогичной съемке Н. И. Сандлер [5] обнаружил более чем двукратное усиление линии (211). Такое кажущееся противоречие легко объясняется тем, что одноосно растянутые образцы обладают аксиальной текстурой с осью [110], а в прокатанном железе одна из возможных плоскостей текстуры имеет индексы (211).

Зависимость интенсивности от степени деформации для различно нагруженных образцов

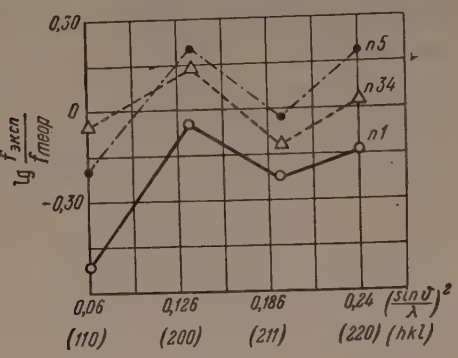
Образец и состояние	ε, %	Абсолютная интенсивность				Относительная интенсивность			
		(110)	(200)	(211)	(220)	(110)	(200)	(211)	(220)
асчетное	—	—	—	—	—	1	0,19	0,62	0,51
сходное	—	4,64	0,92	3,3	2,3	1	0,19	0,7	0,5
бразец П-34	45	3,9	1,25	2,6	2,4	1	0,33	0,66	0,61
бразец П-1 (500°, 16 час)	33	4,1	1,2	2,8	2,7	1	0,27	0,69	0,65
	150	2,1	0,84	2,7	1,9	1	0,34	1,14	1,05
бразец П-5 (500°, 96 час)	23	3,0	1,05	2,87	2,6	1	0,35	0,96	0,87
	67	2,65	1,3	3,6	2,9	1	0,48	1,2	1,1

Из таблицы видно, что с повышением степени деформации и при переходе к длительному нагружению, когда эффект текстуры усиливается, абсолютная интенсивность линии (110) уменьшается весьма значительно, линии (220)— изменяется весьма мало. Поэтому отношение интенсивностей линий $I_{(220)}/I_{(110)}$ значительно увеличивается.

Благодаря тому, что экспериментальные значения относительной интенсивности линий (110), (220), (211) и (220) исходного образца хорошо согласуются с расчетными, можно считать, что изменения абсолютной интенсивности линий для деформированных образцов пропорциональны изменениям квадрата функции атомного рассеяния (fe^{-M}). Из построенных кривых (которые для краткости здесь не приводятся) следует, что ли-

нии с разными индексами по-разному изменяют свою интенсивность и не существует монотонного ее снижения с возрастанием $\frac{\sin\vartheta}{\lambda}$ как это должно быть при искажениях решетки. Только наличие текстуры могло обусловить такой ход f-кривых.

Заметим, что ослабление линии (110) может быть вызвано не только непосредственным влиянием текстуры, но и косвенно — через вторичную экстинкцию. Последняя сильнее всего может сказываться именно на линии (110), так как она наиболее интенсивная.



Зависимость логарифма отношений экспериментальных и рассчитанных функций атомного рассеяния от величины $\left(\frac{\sin\vartheta}{\lambda}\right)^2$

Полученные данные обработаны также по способу В. И. Иверонова и А. А. Кацнельсон [6].

Под влиянием искажений III рода точки на рисунке должны ложиться на прямую линию, наклон которой характеризует величину искажений. С увеличением $\frac{\sin\vartheta}{\lambda}$ указанное отношение должно, разумеется, уменьшаться. Однако ни для одного из наших деформированных образцов не наблюдается ожидаемого наклона линии, а проявляется тенденция в обратную сторону (т. е. относительная интенсивность линии (220) при деформации возрастает). Это указывает на влияние другого фактора, более сильного, чем искажения текстуры.

Заключение

Выше было описано усиление относительной интенсивности линии (220) при деформации. С другой стороны, известны экспериментальные результаты об уменьшении этой интенсивности при прокатке, при кавитационной эрозии. И об этом сообщалось во многих докладах на данном Совещании. Это кажущееся противоречие находит полное объяснение, если учесть, что текстуры в этих случаях иные, чем после одноосного растяжения.

Из полученных экспериментальных результатов видно, что в соответствии с теорией влияние текстуры [4] в интенсивно деформированных массивных образцах настолько значительно и зависит от условий съемки, что исследования абсолютной и относительной интенсивностей крайне не однозначны, а результаты их оказываются мало достоверными даже при изучении простейшего случая напряженного состояния — одноосного растяжения. При прокатке, точении и т. п. процессах картина оказывается еще более сложной. Это обстоятельство должно учитываться при постановке исследований искажений решетки в деформированных и других объектах, в которых можно ожидать наличия текстуры. Проверку на значение текстуры можно осуществлять путем съемки образцов под разными углами β, учитывая при этом влияние множителя поглощения.

Высказанное В. И. Ивероновой соображение о необходимости пересмотреть и уточнить некоторые работы по интенсивности совершенно справедливо в отношении учета влияния как экстинкции, так и текстуры.

Харьковский политехнический
институт им. В. И. Ленина

Цитированная литература

1. Мороз Л., Мингин Т., ДАН СССР, 91, *2*, 249 (1953).
2. Гликман Л. А., Тэхт В. П., Зобачев Ю. Е., ЖТФ, 25, 280 (1955); Гликман Л. А., Коррозионно-механическая прочность металлов.— Машгиз, М., 1955.
3. Баррет Ч. С., Структура металлов.— Металлургиздат, М., 1948.
4. Палатник Л. С., ЖТФ, 6, 1624 (1936); ЖТФ, 7, 2109 (1937).
5. Сандлер Н. П., Тезисы докладов V Всесоюзного совещания по применению рентгеновых лучей к исследованию материалов, стр. 47.— Машгиз, Л., 1955.
6. Иверонова В. И., Кацнельсон А. А., ЖТФ, 25, 696 (1955).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

Л. В. ЗАСЛАВСКАЯ, С. Т. КИШКИН, Н. Ф. ЛАШКО, А. Ф. ПЛАТОНОВА, Н. М. ПОПОВА и М. Ф. РЫБИНА

ВТОРИЧНАЯ ТВЕРДОСТЬ В СТАЛЯХ, ЛЕГИРОВАННЫХ ВАНАДИЕМ, МОЛИБДЕНОМ ИЛИ ТИТАНОМ

В некоторых легированных сталях в процессе отпуска при 550—600° наблюдается повышение твердости, названное «вторичной» твердостью. Это явление обнаружено в сталях, легированных молибденом, вольфрамом, ванадием или титаном. В литературе имеются указания на наличие вторичной твердости в сталях, содержащих значительное количество хрома (12÷18%) [1]. Это явление нам не удалось воспроизвести в хромистой стали, содержащей 0,4% C и 12% Cr.

Большинство исследователей, занимавшихся этим вопросом, считают, что вторичная твердость вызвана выделением высокодисперсных специальных карбидов. Поскольку во многих сталях, имеющих вторичную твердость, выделению специального карбида в процессе отпуска предшествовало выделение цементита, возник вопрос о роли цементита в образовании этого эффекта. По мнению ряда исследователей, вторичная твердость возникает в результате взаимодействия между метастабильным цементитом и специальным карбидом [2]. Было также высказано предположение, что вторичная твердость связана только с образованием специальных карбидов [3]. При исследовании анодных осадков, выделенных из стали, высокодисперсные фазы не обнаруживаются обычным рентгеноструктурным методом порошков. Специальные карбиды VC, Mo_2C, TiC были найдены этим методом только после отпуска стали выше 600°, т. е. после температурного интервала образования вторичной твердости. В малоуглеродистой стали (0,1%C) трудно обнаружить цементит при всех температурах отпуска, и было высказано предположение, что в этих сталях он не возникает [3].

В настоящем исследовании для изучения кинетики развития карбидов при отпуске легированной стали были применены новые методы дифференцированного карбидного анализа, основанные на избирательном химическом растворении карбидов в анодном осадке. Искомые карбиды после химического обособления подвергались химическому и рентгеновскому анализам; последний был значительно облегчен благодаря удалению избытка других фаз.

Для раздельного определения карбидов были применены два метода дифференцированного карбидного анализа: 1) кипячение карбидного осадка с соляной кислотой сохраняло в виде осадка специальные карбиды ванадия, титана, молибдена и переводило в раствор цементит [4]; 2) обработка карбидного осадка спиртовым раствором перекиси водорода сохраняла в осадке цементит и переводила в раствор специальные карбиды; для полного растворения карбидов титана к реагентам добавлялись фтористые соли [5].

Для исследования мы взяли стали, содержащие различные количества углерода (0,1÷0,8%) и легированные ванадием (в пределах 1,0÷2,5%) или титаном (0,3÷0,5%) или молибденом (1,7%). Термическая обработка производилась в атмосфере аргона, чтобы избежать обезуглероживания

на поверхности образцов. Стали, содержащие ванадий, были закалены от 1350° (15 мин) в воду; содержащие титан — закаливались от 1350° (1 час) в воду; молибденовые стали закаливались от 1250—1300° (30 мин) в воду. Закаленные образцы подвергались отпуску в течение 1 часа при 300, 400, 450, 500, 600, 650, 700° и выше.

Для выделения карбидов образцы анодно растворяли в 1 *N* KCl с добавкой 0,5% лимонной кислоты при низкой плотности тока (0,02—0,03 Acm^{-2}) и охлаждении растворов до 0°. После закалки в молибденовых и ванадиевых сталях не было первичных карбидов, а в титановых сталях сохранилось до 25—50% первичных карбидов титана.

Во всех сталях магнитным и рентгеновским методами был обнаружен остаточный аустенит, распадающийся при 300—400°.

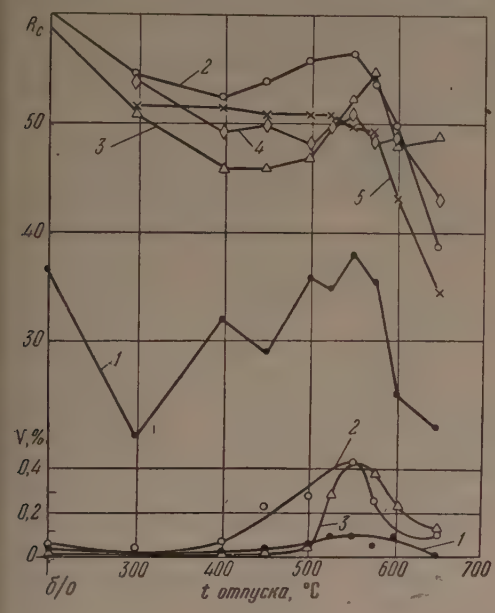


Рис. 1

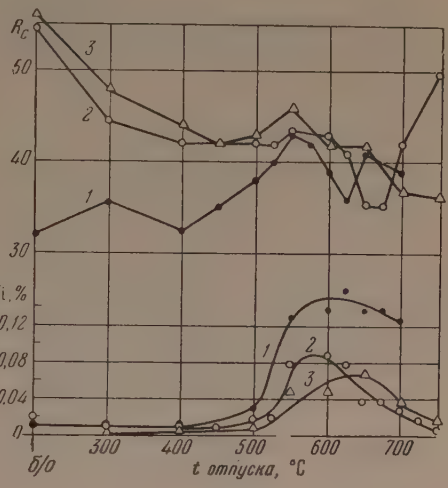


Рис. 2

Рис. 1. Зависимость твердости и количества ванадия, связанного в высокодисперсный карбид ванадия, от температуры отпуска и состава стали: *1*—0,10% C + 1,48% V + +0,94 % Mn, *2*—0,38% C + 2,53% V + 1,98% Mn, *3* — 0,39% C + 1,42% V, *4* — 0,86% C + 0,96% V, *5*—0,42% C + 1,55% V + 4,21% Cr

Рис. 2. Зависимость твердости и количества титана, связанного в высокодисперсный карбид титана, от температуры отпуска и состава стали: *1*—0,11% C + 0,33% Ti, *2*—0,39% C + 0,35% Ti + 1,98% Mn, *3* — 0,53% C + 0,42% Ti

В сталях, легированных ванадием, найдены после отпуска две фазы: Me_3C и VC, в сталях с молибденом — Me_3C и Mo_2C, в сталях с титаном — Me_3C и TiC. Наличие цементита в малоуглеродистых сталях с 0,10% C было доказано рентгеновским исследованием анодных осадков, очищенных химическим путем от других карбидов.

Специальные карбиды ванадия, молибдена и титана возникают в заметных количествах при 450—500°, и их количество непрерывно увеличивается с повышением температуры отпуска. Специальные карбиды этих элементов частично растворяются в соляной кислоте. Кислотнорастворимую часть (высокодисперсные карбиды) можно рассчитать по разности результатов двух методов дифференцированного анализа карбидов.

При одинаковых условиях опыта количество специальных карбидов, перешедших в раствор, зависит от температуры отпуска стали и может служить оценкой их дисперсности.

Наибольшее количество дисперсных карбидов VC и TiC образуется при температурах отпуска, вызывающих максимальное вторичное твердение (рис. 1 и 2). С повышением температуры отпуска в связи с коагуляцией специальных карбидов количество высокодисперсных карбидов

уменьшается. В молибденовых сталях максимум вторичной твердости совпал с максимумом количества найденных высокодисперсных карбидов Mo_2C только для малоуглеродистой стали (0,1% С) (рис. 3). В условиях данных опытов степень дисперсности кислоторастворимых карбидов молибдена не соответствовала их оптимальному влиянию на возникновение вторичной твердости для молибденовых сталей, содержащих более 0,20% С.

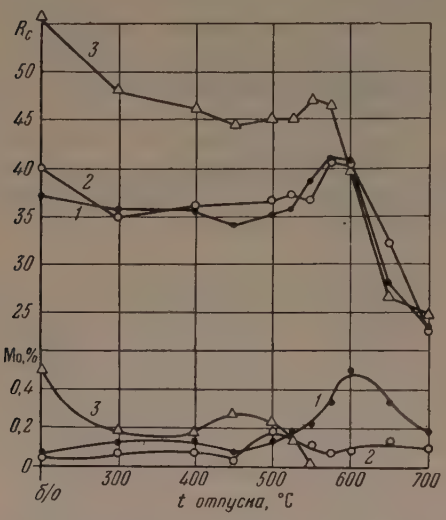


Рис. 3. Зависимость твердости и количества молибдена, связанного в высокодисперсный карбид молибдена, от температуры отпуска и состава стали: *1*— 0,10% С + 1,70% Mo, *2* — 0,23% С + 1,73% Mo, *3*—0,39% С+1,72% Mo

Большинство данных по определению высокодисперсных специальных карбидов в молибденовых, ванадиевых и титановых сталях показало, что вторичная твердость несомненно связана с образованием последних.

Поведение специальных карбидов (VC, Mo_2C и TiC) в этих сталях указывает, что максимальная твердость в стареющих легированных сталях связана с «критической» степенью дисперсности специальных карбидов.

Цементит в исследованных сталях обнаружен в метастабильном и стабильном состояниях. Поведение цементита зависело от содержания ванадия, молибдена и титана в стали. Если этих элементов было достаточно, чтобы связать весь углерод стали, то цементит исчезал почти полностью при 650°. Если их было недостаточно, то после некоторого растворения при 550—600° цементит сохранялся в равновесном состоянии с карбидами ванадия, молибдена и титана. При 550° обнаруживается немного меньше цементита, чем при более высоких температурах отпуска, и на кривых, показывающих развитие цементита (рис. 4—6), появлялся отчетливый минимум. Это явление можно объяснить большей растворимостью цементита в метастабильном состоянии, чем в равновесном; при наступлении равновесия некоторые порции цементита выделялись вновь из твердого раствора.

Изменение содержания элементов, связанных в цементит, найденное химическим анализом анодных осадков, а также рентгеноструктурный анализ показали, что выделению специальных карбидов во всех исследованных сталях предшествует образование метастабильного цементита (рис. 4—6), количество которого увеличивается при повышении температуры отпуска до 400° или 450—500°, а затем уменьшается. Эти наблюдения совпадают с результатами исследований других авторов [6—8].

Вторичная твердость появляется при температурах отпуска, вызывающих растворение цементита с максимальной скоростью. Количества специальных карбидов типа MeC и Me_2C при этом также растут с максимальной скоростью. Следовательно, возникновение вторичной твердости в исследованных сталях происходит в результате перераспределения углерода между метастабильным цементитом, твердым раствором и специальными карбидами MeC и Me_2C в особых условиях развития этого процесса, причем метастабильный цементит является обязательным участником при возникновении вторичной твердости.

При помощи дифференцированного карбидного анализа был установлен химический состав карбидов. Оказалось, что титан не входит в состав цементита, ванадий легирует его в пределах 2—3%, а молибден раство-

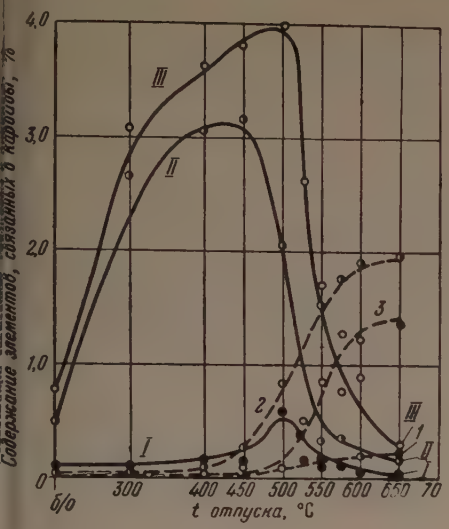


Рис. 4

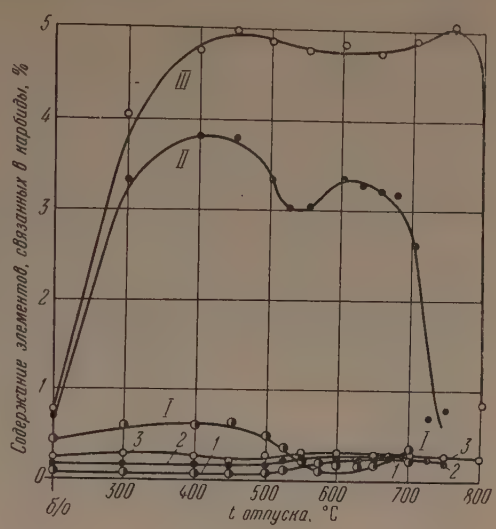


Рис. 5

Рис. 4. Зависимость содержания железа и ванадия, связанных в Me_3C и VC, от температуры отпуска и состава стали: *I* и *1* — сталь состава 0,10% C + 1,48% V + 0,94% Mn, *II* и *2*— сталь состава 0,38% C + 2,53% V+1,98% Mn, *III* и *3* — сталь состава 0,39% C + 1,42% V. Римская нумерация кривых соответствует содержанию Fe, связанного в Me_3C, арабская нумерация — содержание V, связанного в VC

Рис. 5. Зависимость содержания железа и титана, связанных в Me_3C и TiC, от температуры отпуска и состава стали: *I* и *1* — сталь состава 0,11% C + 0,33% Ti, *II* и *2* — сталь состава 0,39% C + 0,35% Ti + 1,98% Mn, *III* и *3* — сталь состава 0,53% C + 0,42% Ti. Римская нумерация кривых соответствует содержанию Fe, связанного в Me_3C, арабская нумерация — содержанию Ti, связанного в TiC

яется в переменных количествах (2÷13%) в зависимости от температуры отпуска. Наименьшее количество молибдена растворяется в метастабильном цементите в интервале температур отпуска 550÷600°.

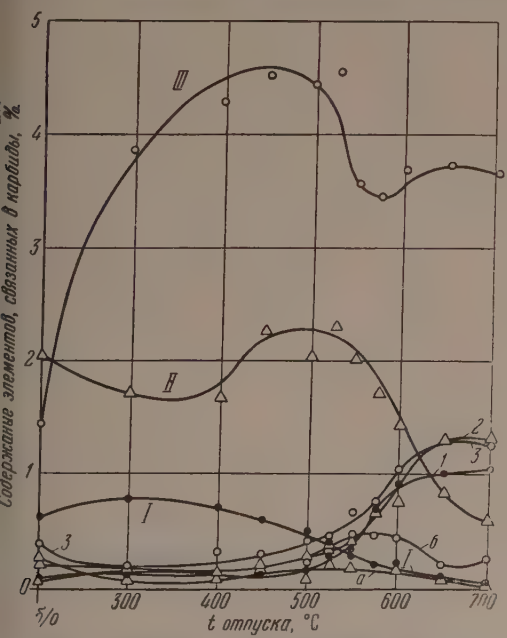


Рис. 6. Зависимость содержания железа и молибдена, связанных с Me_3C и Mo_2C, от температуры отпуска и состава стали: *I* и *1* — сталь состава 0,10% C + 1,70% Mo, *II*, *2* и *а* — сталь состава 0,23% C + 1,74% Mo, *III*, *3* и *б*—сталь состава 0,39% C + +1,72% Mo. Римская нумерация кривых соответствует содержанию Fe, связанного в Me_3C, арабская нумерация — содержанию Mo, связанного в Mo_2C, буквенные обозначения кривых —содержанию Mo, связанного в Me_3C

Химический анализ обособленных карбидов выяснил, что карбиды ванадия и титана совершенно не содержат железа. Карбид ванадия может растворять значительные количества хрома (до 50%).

При помощи дифференцированного карбидного анализа была исследована сталь, содержащая 0,40% C, 1,55% V, 4,21% Cr. В этой стали при отпуске возникали три карбида: Me_3C, MeC и Me_7C_3. Тригональный

карбид хрома появлялся в незначительных количествах при высоки температурах отпуска (600—650°). Кинетика развития цементита и спе циального карбида ванадия мало отличалась от таковой в сталях, н содержащих хрома. В этой стали не наблюдали возникновения вторич ной твердости. Возможно, что такое поведение стали было связано с со ставом карбида ванадия, который содержал до 50% Cr (состав карбидо влияет на связь карбида с твердым раствором).

Кроме фазового состава, специально исследовалось изменение сте пени дисперсности цементита и специальных карбидов на осадках, под вергнутых избирательной химической обработке. Степень дисперсност определялась по размытости линий на дебаеграммах. Изменение диспер сности цементита хорошо улавливается по размытости интерференций о плоскостей (121) и (210), а также (113) и (122). При наличии высокодисперс ного цементита интерференции от плоскостей (121), (210), (113) и (122 сливаются, а в коагулированных фазах они разделяются. Способность к коагуляции зависит от содержания углерода и легирующих элементов Показательно в этом отношении изменение дисперсности цементита в мо либденовых сталях. В стали, содержащей 0,1% C и 1,7% Mo, цементит после отпуска при 300° очень дисперсен, на что указывает размытост линий на рентгенограммах. Начало раздвоения линий, отвечающих от ражениям от плоскостей (121) и (210), начинается при отпуске свыше 500°. Наибольшая степень коагуляции цементита достигается после от пуска при 525°. Начиная с отпуска при 550°, размытость линий увеличи вается, что указывает на растворение цементита.

Раздвоение линий, отвечающих интерференциям от плоскостей (121 и (210), при рентгенографировании цементита стали, содержащей 0,23% C и 1,7% Mo, начинается при отпуске свыше 525°. Четкость линий уве личивается вплоть до температуры отпуска 700°, что указывает на пос тепенное увеличение средних размеров частиц цементита.

В стали, содержащей 0,39% C и 0,7% Mo, степень коагуляции цемен тита, отвечающая началу раздвоения линий, соответствующих интерфе ренциям от плоскостей (121) и (210), наступает после отпуска при 500° Средние размеры частиц непрерывно возрастают при повышении темпе ратуры отпуска от 300 до 700°.

Постепенное увеличение средних размеров частиц цементита при повышении температуры отпуска наблюдалось также в стали, содержа щей 0,39% C и 1,42% V, а также в титанистых сталях состава: 0,39% C и 0,35% Ti и 0,53% C и 0,42% Ti.

В ванадиевых и титанистых сталях степень коагуляции цементита отвечающая началу раздвоения линий, соответствующих интерференциям от плоскостей (121) и (210), наступает при 450°. Следовательно, в этих сталях коагуляция цементита происходит быстрее, чем в молибденовой стали. Такое различие в поведении цементита в разных легированных ста лях связано с процессами распределения легирующих элементов между цементитом и твердым раствором.

Цитированная литература

1. Бейн В., Влияние легирующих элементов на свойства стали, стр. 259.— Металлургиздат, М., 1945.
2. Crafts W., Lamont J. L., Metal Technology, **15**, *6*, 1 (1948).
3. Курдюмов Г. В., Перкас М. Д., ДАН СССР, **67**, 41 (1952).
4. Попова Н. М., Платонова А. Ф. и др., Завод. лабор., *7*, 778 (1952).
5. Попова Н. М., Платонова А. Ф., Заславская Л. В., Завод лабор., *1*, 22 (1955).
6. Лашко Н. Ф., Нестерова М. Д., Изв. АН СССР, Серия физич., **15**, 6 (1951).
7. Блантер М. Е., ЖТФ, **18**, 529 (1948).
8. Бокштейн С. З., Структура и механические свойства легированной стали стр. 180.— Металлургиздат, М., 1954.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

Ю. С. ТЕРМИНАСОВ, А. Г. ЯХОНТОВ и А. В. ПОЛТАВСКИЙ

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КАЧЕСТВА ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ, ОБРАБОТАННЫХ ШЛИФОВАНИЕМ И ТОНКИМ ТОЧЕНИЕМ

Шлифование и тонкое точение являются заключительными операциями при обработке ответственных деталей. Эти методы обработки создают определенное качество поверхностного слоя детали, которое обусловливает его эксплуатационные свойства. Качество поверхностного слоя во многом зависит от условий обработки, т. е. от технологических режимов резания.

В настоящей работе описываются результаты исследования состояния поверхностного слоя рентгенографическим методом и методом микротвердости. Этими методами мы изучали зависимость упрочнения поверхностного слоя от технологических режимов обработки. При этом определялась интенсивность наклепа на поверхности металла, а также распределение наклепа в толще поверхностного слоя. Степень упрочнения оценивалась по данным микротвердости и по данным рентгенографического исследования кристаллитных и элементарных искажений, проявляющихся в расширении и ослаблении интерференционных линий. Эти искажения в основном и обусловливают упрочнение металла при резании.

Методика эксперимента и обработки экспериментальных данных, полученных как при шлифовании образцов, так и при тонком точении их, была одинаковой. Для исследования искажений, возникающих в процессе шлифования, были выбраны сталь У8 и техническое железо; в случае тонкого точения — Ст. 40. Было изучено 90 различных производственных режимов шлифования и 24 режима тонкого точения, которые определяются сочетанием различных факторов обработки: глубины резания, скорости резания, скорости вращения детали и скорости подачи.

Незначительные различия по глубине резания между шлифованием и тонким точением дают возможность предполагать, что изменения в поверхностном слое при тонком точении должны быть близкими к изменениям, вызванным в структуре металла шлифованием. Наши исследования подтвердили это предположение. И в результате шлифования и в результате точения происходит упрочнение поверхностного слоя металла, о чем свидетельствует увеличение микротвердости на 30÷70% в зависимости от режимов обработки. При этом происходит увеличение ширины линии рентгенограммы на 100—200% и уменьшение относительной интенсивности интерференционных линий на 40÷76%.

Можно предполагать, что упрочнение металла, оцениваемое по изменению микротвердости, обусловливается в основном элементарными искажениями атомной кристаллической решетки, связанными со смещениями центров колебания атомов из узлов пространственной решетки, и кристаллитными искажениями решетки, связанными с измельчением и дефрагментацией блоков. В результате настоящего исследования были установлены зависимости изменений искажений атомной кристаллической решетки от изменения режимов шлифования и тонкого точения. Мы остановимся только на результатах сравнения этих зависимостей.

Наибольший рост кристаллитных искажений при шлифовании на-

Заказ 470

блюдается в интервале малых глубин резания (5÷25 μ). При увеличении глубины резания рост кристаллитных искажений замедляется, а при глубине резания 50÷75 μ намечается тенденция к насыщению. В области тонкого точения изменения глубины резания в 5—6 раз не приводят к росту кристаллитных искажений.

Аналогичный характер имеют изменения интенсивности интерференционной линии, характеризующие возрастание элементарных искажений атомной решетки с увеличением глубины резания. Такой характер изменений можно объяснить, исходя из экспериментальных и теоретических данных о связи глубины резания с толщиной стружки [1].

С увеличением глубины резания возрастает толщина снимаемой стружки. При этом возрастают деформирующие усилия, в большей степени деформируются и дробятся блоки и соответственно в большей мере искажается атомная кристаллическая решетка в субмикроскопических объемах.

Стабилизация искажений решетки может происходить в результате разупрочняющего действия тепла, выделяющегося при резании в большом количестве, а также в результате снижения роста деформирующих усилий с ростом глубины резания. На основании сравнения двух различных методов резания металлов — шлифования и тонкого точения — можно предполагать, что степень упрочнения поверхностного слоя металла при обработке различными методами можно регулировать изменением толщины снимаемой стружки.

На рис. 1 представлен график зависимости ширины линии рентгенограммы от скорости резания. Этот график свидетельствует о том, что скорость резания в малой степени влияет на кристаллитные искажения. Аналогичную зависимость можно наблюдать и для элементарных искажений атомной кристаллической решетки.

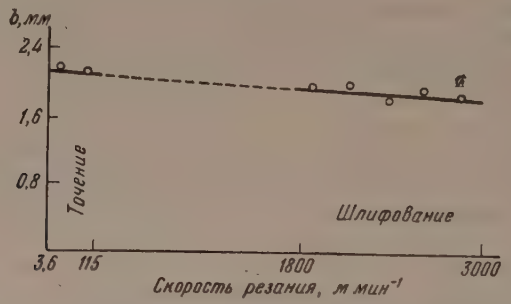


Рис. 1. Зависимость ширины интерференционной линии K_{α_1} от скорости резания

Скорость резания в меньшей степени влияет на степень упрочнения поверхностного слоя при обработке резанием.

При обработке металлов скоростным шлифованием, как правило, получается снижение искажений атомной кристаллической решетки по сравнению с обычным шлифованием. На основании сравнения скоростного и обычного шлифований можно сказать, что при скоростном шлифовании, являющемся более производительным методом, в меньшей степени деформируется кристаллическая решетка поверхностного слоя, чем при обычном шлифовании. Это можно объяснить значительным выделением тепла в области плоскостей скольжения, которое ведет к разупрочнению металла [2], а также уменьшением толщины стружки, снимаемой абразивным зерном при увеличении скорости шлифования [1].

Влияние подачи на качество поверхности как в случае шлифования так и в случае тонкого точения сложно: при одних режимах увеличение подачи ведет к росту искажения, при других — к их снятию.

Подача в значительной степени влияет на толщину снимаемой стружки. Однако при увеличении скорости подачи возрастает и выделяется большое количество тепла. В конкретных случаях обработки состояние поверхностного слоя будет обусловливаться результирующим действием этих двух факторов.

На рис. 2 представлена зависимость ширины интерференционной линии от глубины шлифования для различных скоростей продольной подачи: при переходе от скорости 1 м мин$^{-1}$ (кривая *1*) к 3,75 м мин$^{-1}$ (кривая *3*) ширина линии и, следовательно, кристаллитные искажения вначале возрастают (кривая *2*), а затем падают (кривая *3*). Это снижение кристаллитных искажений при переходе от скорости подачи в 1,88 м мин$^{-1}$ (кривая *2*) к скорости в 3,75 м мин$^{-1}$ можно объяснить разупрочняющим действием выделяющегося тепла при повышенных скоростях продольной подачи.

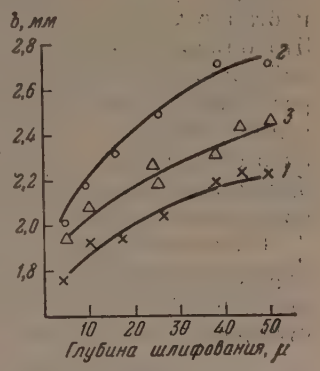


Рис. 2. Зависимость ширины интерференционной линии $K\alpha_1$ от глубины шлифования при различных скоростях продольной подачи: *1* — 1 м мин$^{-1}$, *2* — 1,88 м мин$^{-1}$, *3* — 3,75 м мин$^{-1}$

Распределение искажений атомной решетки по глубине в поверхностном слое обработанных металлов определялось также двумя методами: рентгенографическим и методом микротвердости. С этой целью производилось многократное электрохимическое стравливание поверхностных слоев, причем после каждого стравливания поверхностный слой подвергался исследованию.

Распределение наклепа в толще поверхностного слоя, определенное рентгенографическим методом и методом микротвердости, не имеет принципиальных отличий. Однако метод микротвердости менее чувствителен, и расхождения в определении толщины деформированного поверхностного слоя могут достигать больших значения — 50% и более.

В результате исследования было установлено, что распределение кристаллитных искажений имеет одинаковый характер с распределением элементарных искажений атомной решетки в поверхностном слое. Можно сказать, что при шлифовании и точении сталей и железа в металле, в результате деформации и дробления блоков, одновременно возникают кристаллитные и элементарные искажения атомной кристаллической решетки.

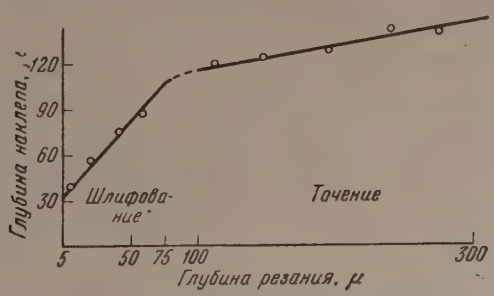


Рис. 3. Зависимость изменения глубины наклепа от глубины резания

Глубина наклепа после тонкого точения больше, чем после шлифования. В случае шлифования поверхностная зона металла, имеющего искаженную структуру, достигает толщины 120 μ, а в случае тонкого точения — около 200 μ и больше.

На рис. 3 представлена зависимость изменения глубины наклепа
глубины резания. На основании сравнения этих данных и результато
исследования зависимости кристаллитных искажений от глубины рез
ния можно предполагать, что толщина слоя, упрочненного в результа
резания, почти линейно связана с максимальным упрочнением на повер
ности металла.

Особенно это заметно в интервале малых и средних глубин резани
В области больших глубин резания 100 ÷ 300 μ, когда происходит стаб
лизация искажений на поверхности металла, наблюдается некоторое во
растание толщины наклепанного слоя с увеличением глубины резани
Это объясняется изменением характера распределения искажений ато
ной кристаллической решетки в толще металла при увеличении глубин
резания: при малых глубинах резания в распределении этих искажени
в поверхностном слое имеется резкий переход от максимально искаже
ного слоя к недеформированному металлу; при переходе к бо́льшим гл
бинам резания наблюдается более постепенный переход от максимальн
искаженного металла к недеформированному.

На основании результатов сравнения двух работ можно сделать сл
дующий вывод: при обработке металлов шлифованием и тонким точение
степень и толщину упрочненного поверхностного слоя детали можно р
гулировать изменением глубины резания.

Ленинградский
инженерно-экономический институт
им. В. М. Молотова

Цитированная литература

1. Маслов Е. Н., Основы теории шлифования.— Машгиз, М., 1951.
2. Давиденков Н. Н., Терминасов Ю. С., ЖТФ, 14, 409 (1944).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

Д. И. ЛАЙНЕР и Е. И. КРУПНИКОВА

ЕХАНИЗМ ВЛИЯНИЯ МАЛЫХ ДОБАВОК НА ОБРАЗОВАНИЕ ТЕКСТУР РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Изделия и полуфабрикаты из металлов и сплавов всегда в той или ой степени обладают анизотропией физических и механических свойств. низотропия свойств часто достигает таких размеров, что заставляет счи-ться с этим явлением как конструкторов, так и технологов.

Конструкторам приходится считаться с этим явлением потому, что в оих расчетах они обязаны учитывать наличие минимума свойств в ка-м-то направлении. В этом отношении заслуживают внимания те пред-жения А. В. Степанова, которые сводятся к наиболее эффективному ис-льзованию материалов путем нагружения их в направлении максималь-ых значений свойств. Для наиболее выгодного использования материалов, также в некоторых случаях для получения магнитных материалов до стремиться к созданию максимальной анизотропии свойств.

Технологам приходится считаться с явлением анизотропии механических ойств в особенности тогда, когда металлические листы или ленты пред-значены для глубокой вытяжки. В этом случае наличие анизотропии в кристаллизованном материале приводит к получению деталей с волно-разным ободком, что обычно называют фестонами, ушами, языками т. д. Такое явление приводит к усложнению технологического процесса вызывает лишний расход металла.

Если у монокристаллов анизотропия свойств обусловлена самой при-дой кристаллического тела, то в поликристаллическом теле анизотропия ойств представляет собой функцию совершенства преимущественной иентировки (текстуры).

Задачей настоящей работы было изыскание методов, при помощи ко-рых можно воздействовать на образование текстур рекристаллизации.

Из литературных данных по этому вопросу следует, что для создания кристаллизованного материала с изотропными свойствами и дез-иентированной структурой рекомендуется обычно соблюдать следую-ие режимы технологического процесса:

а) минимальная степень деформации между отжигами, б) оптимальные ловия отжига (температура отжига и время выдержки), в) прокатка с менением направления заправки металла в валки.

Литературные данные о влиянии малых добавок на преимущественную иентировку крайне скудны.

Мы исследовали влияние большого числа добавок в различных кон-нтрациях на образование текстур деформации и рекристаллизации юминия, меди, никеля и мельхиора. В качестве исходных материалов именялись металлы высокой чистоты, а условия плавки обеспечивали хранение этой чистоты.

Исследования проводились рентгенографическим методом с построе-ем полюсных фигур, методом определения анизотропии упругих и ханических свойств путем испытания образцов, различно ориентиро-нных по отношению к направлению прокатки, и весьма наглядным ме-дом определения фестонистости на колпачках при глубокой вытяжке.

Большой экспериментальный материал показал, что малые добавки не оказывая влияния на образование текстур деформации, существенно влияют на образование текстур рекристаллизации со всеми вытекающими из этого последствиями. Аналогичные факты отмечались в литературе и ранее. Однако систематических исследований и практических рекомендаций о целесообразности введения тех или иных добавок в определенный металл или сплав не было.

Обычно авторы ограничивались по этому поводу лишь самыми общими замечаниями.

Мы установили полезное влияние добавок кремния к мельхиору, сурьмы к меди, кальция к никелю, цинка к алюминию. Эти добавки, как и некоторые другие, в определенных концентрациях способствуют получению металлического проката в рекристаллизованном состоянии с дезориентированной структурой, а анизотропия механических свойств такого материала очень мала или полностью отсутствует. Некоторые из полученных результатов были нами проверены в заводских условиях и дали большой эффект.

Мы представляем себе механизм влияния малых добавок на образование текстур рекристаллизации следующим образом. Из принципа Гиббса — Кюри — Вульфа вытекает, что изменением поверхностной энергии отдельных граней можно изменить направление развития кристаллов.

Ряд работ по кристаллизации из водных растворов показывает, что весьма малые добавки оказывают решающее влияние на форму образующихся кристаллов. Механизм этого влияния можно себе представить следующим образом: при отжиге поверхностно-активные горофильные добавки адсорбируются в соответствии с принципом Гиббса — Кюри — Вульфа и со структурным соответствием на определенных гранях зародышей, получаемых при рекристаллизации. Это приводит к торможению роста кристаллов в этих направлениях, и, следовательно, создаются возможности развития кристалла в других направлениях; в результате возникает дезориентированная структура и создается материал с изотропными свойствами.

Таким образом, добавки должны отвечать следующим требованиям:

1. Добавки должны быть поверхностно активными по отношению к основному металлу или сплаву; в противном случае не произойдет адсорбции добавок на гранях кристалла при отжиге.

2. Добавки не должны быть изоморфны с основой металла или сплава: в случае изоморфизма может произойти равномерная адсорбция по всем граням зародыша и тогда будет иметь место измельчение структуры при сохранении габитуса.

3. Добавки должны входить в твердый раствор: если добавки не находятся в твердом растворе, а образуют механическую смесь, то при отжиге произойдет обычная коагуляция.

4. Структурное соответствие является обязательным условием воздействия добавок на образование текстур рекристаллизации; в зависимости от величины этого соответствия добавки могут привести или к ослаблению текстур рекристаллизации, или к их усилению.

Высказанные соображения подтверждены многочисленными исследованиями и заводскими испытаниями.

Научно-исследовательский
и проектный институт по
обработке цветных металлов

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
. XX. № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

Ю. С. ТЕРМИНАСОВ и Г. А. ФЕКЛИСТОВ

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЗМА ТЕРМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ПЛАСТИЧЕСКИ ДЕФОРМИРОВАННЫЕ МЕТАЛЛЫ

За последние годы появилось большое число работ, посвященных ентгенографическому исследованию пластической деформации металлов. Однако работ, в которых бы изучалась термическая устойчивость тех скажений, которые получает в процессе пластической деформации атом- ая кристаллическая решетка, имеется очень мало.

Данная работа посвящена рентгенографическому исследованию ме- анизма термической устойчивости кристаллитных и элементарных ис- ажений в пластически деформированных металлах.

Материалы и методика эксперимента

М а т е р и а л. В качестве материала для исследования были выбра- ы сталь Ст.40, алюминий и латунь ЛС59-1. Образцы из стали, ла- уни и алюминия представляли собой цилиндрики высотой 15 мм и ф 10 мм.

Для снятия наклепа, возникшего в процессе изготовления образцов, роизводился их отжиг в вакуумной печи. После отжига и рентгеногра- ического контроля качества отжига образцы подвергались деформации жатия на 60-тонном прессе Амслера.

Д е ф о р м и р о в а н и е о б р а з ц о в п р и к о м н а т н о й е м п е р а т у р е. Были выбраны следующие степени деформации: для стали — 3, 6, 12, 24, 48, 66%, б) для латуни — 3, 6, 12, 24, 36%, для алюминия — 80%.

Для соблюдения одинаковых условий при сжатии всех образцов, ключающих перекосы их в процессе деформации, а также обеспечиваю- их равномерное сжатие, были применены специальные приспособления. авномерная деформация обеспечивалась тщательной установкой об- зца в машине и наличием опорной планки со сферическим шарниром, возможность точно выдерживать высоту образца в соответствии с задан- й деформацией обеспечивалась применением специально сконстру- ованного индикатора со звонковой сигнализацией, представлявшего бой раздвижное приспособление, устанавливаемое в соответствии с ко- чной высотой образца; блок-контакты, укрепленные на ножках этого испособления, замыкали цепь электрозвонка при достижении заданной епени деформации. Степень деформации определялась по усадке вдоль и деформации.

Т е р м и ч е с к а я о б р а б о т к а п л а с т и ч е с к и д е ф о р - и р о в а н н ы х о б р а з ц о в. Температурный отпуск всех деформи- ванных образцов происходил в вакуумной печи при загрузке их в за- нее подготовленную печь. Это мы смогли осуществить благодаря при- нению специально сконструированного загрузочного вакуумного флан- . Устройство фланца позволяло проводить загрузку образцов из об- сти низких температур в область высоких температур в вакууме.

Температура отжига образцов регистрировалась при помощи хромель- юмелевой термопары.

Были выбраны следующие режимы термического воздействия на пластически деформированные образцы при различной продолжительности отжига: сталь Ст. 40 при температурах 400÷700°; латунь ЛС59-1 при 150÷300°, алюминий при 50÷325°.

Рентгенографирование образцов. Рентгенографирование образцов производилось по методу обратной съемки в камере РКОС с секторной кассетой.

Для рентгенографирования образцов стали была использована рентгеновская трубка БСВ-4 с кобальтовым анодом, а для рентгенографирования алюминия и латуни — БСВЛ с медным анодом. Это позволяло получать для стали интерференционные линии (310) и (220), для алюминия (511) и (422), для латуни (420) и (331).

Специальное приспособление позволяло рентгенографировать образец всегда в одной и той же точке, лежащей на образующей. Условия рентгенографирования и фотообработки для всех образцов соблюдались строго одинаковыми.

Фотометрирование рентгенограмм и обработка микрофотограмм. Фотометрирование всех полученных рентгенограмм производилось при помощи микрофотометра МФ-2. При этом использовалось дефокусирование изображения интерференционной линии в плоскости измерительной щели микрофотометра. Ширина интерференционной линии измерялась отношением площади микрофотометрической кривой к высоте этой кривой и таким способом оценивались кристаллитные искажения.

Элементарные искажения атомной кристаллической решетки оценивались отношением интенсивности максимума интерференционной линии высшего порядка к интенсивности фона в области небольших углов скольжения рентгеновых лучей, где почернение наибольшее.

Кроме того, изменение интенсивности интерференционных линий определялось методами сравнения площадей, ограниченных фотометрическими кривыми, методом сравнения интенсивности линии с интенсивностью фона в области углов отражения, равных 75°.

Результаты эксперимента и их обсуждение

Сталь Ст.40. Для того чтобы проследить влияние времени отжига при заданной температуре на механизм восстановления атомной решетки образцов стали для различных степеней деформации, мы отжигали образцы

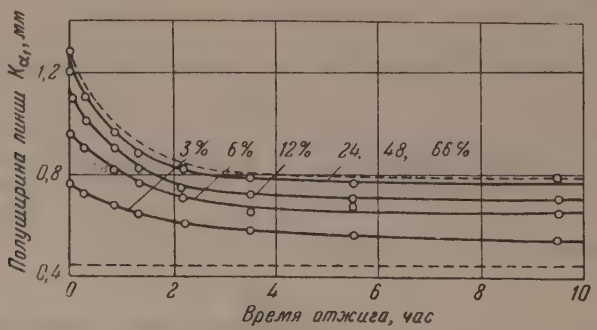


Рис. 1. Зависимость полуширины $K\alpha_1$ интерференционной линии (310) от времени отжига для различных степеней деформации образцов стали Ст.40 при температуре отжига 400°

партиями по шесть штук. В каждой партии были представлены все степени деформации. Таким методом производились исследования для всех выбранных температур (400, 500, 600 и 700°).

На рис. 1 графически представлена зависимость полуширины интерференционной линии (310) от времени отжига для различных степеней деформации образцов Ст. 40 при температуре отжига 400°, а на рис. 2 — зависимость отношения $I_{(310)}/I_{фон}$ от времени отжига при тех же степенях деформации и температуре отжига.

Из кривых рис. 1 и 2 видно, что наиболее быстро кристаллитные и элементарные искажения снимаются в первые стадии отжига, затем процесс

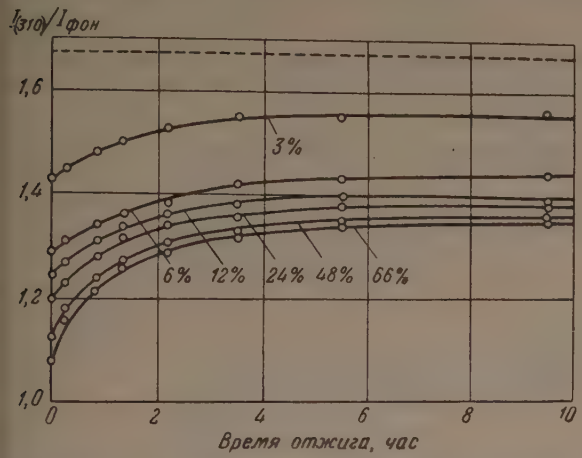


Рис. 2. Зависимость отношения $I_{(310)}/I_{фон}$ от времени отжига для различных степеней деформации образцов стали Ст. 40 при температуре отжига 400°

медляется и, начиная с некоторого времени, оставшиеся искажения стализуются. С увеличением степени деформации скорость снятия искажений возрастает. Об этом свидетельствует наклон кривой в области, ответствующей начальному периоду отжига. Общий же характер изменения кристаллитных и элементарных искажений остается одинаковым ля образцов, имеющих разную личину деформации.

Отжиг пластически деформированных образцов при более высоких температурах вызывает более интенсивное снижение кристаллитных и элементарных искажений. очти полное расщепление K_α-дублета линии (310) наблюдается после -минутного нагрева образцов при мпературе 500°. Как показывает счет, в результате отжига пластически деформированных образцов али при этой температуре кристаллитные искажения снимаются среднем на 90%, а элементарные 60%.

Изменение отношения $I_{(310)}/I_{фон}$ времени отжига при температуре 0° для различных степеней деформации образцов представлено на с. 3.

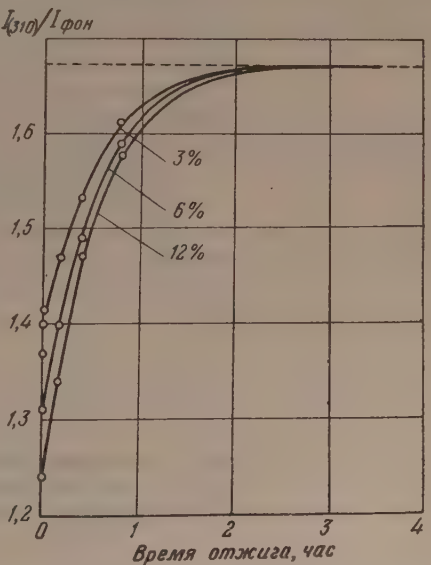


Рис. 3. Зависимость отношения $I_{(310)}/I_{фон}$ от времени отжига при температуре 600° для различных степеней деформации образцов стали Ст. 40

Характер изменений, наблюдавшийся для деформаций 24÷66%, отличается от изменений при деформациях 3÷12% лишь тем, что для высоких степеней деформации на процесс освобождения решетки от остаточных искажений накладывается начавшийся процесс рекристаллизации.

Латунь Л С59-1. Пластически деформированные образцы латуни были подвергнуты температурному воздействию, начиная с температуры 150°.

Как видно из рис. 4 и 5, уже после 30-минутного нагрева при данной температуре ширина линии (420) значительно уменьшилась, а интенсивность ее возросла. Для всех образцов, независимо от степени деформации, наблюдалась та же самая картина.

Отжиг образцов латуни при температурах 200, 250 и 300° привел к более интенсивному снятию кристаллитных и элементарных искажений в пластически деформированной латуни. При этом с увеличением степени искаженности атомной решетки увеличивается скорость ее восстановления при той же самой температуре.

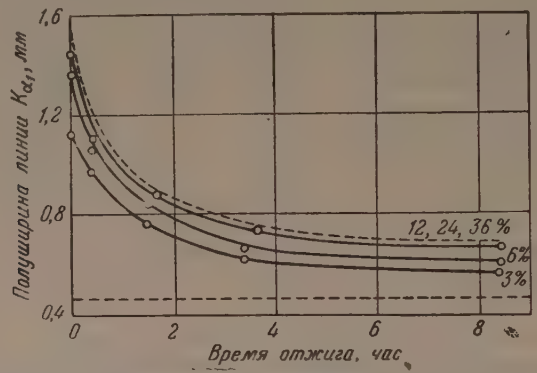


Рис. 4. Зависимость полуширины K_α интерференционной линии (420) от времени при температуре отжига 150° для различных степеней деформации образцов латуни ЛС59-1

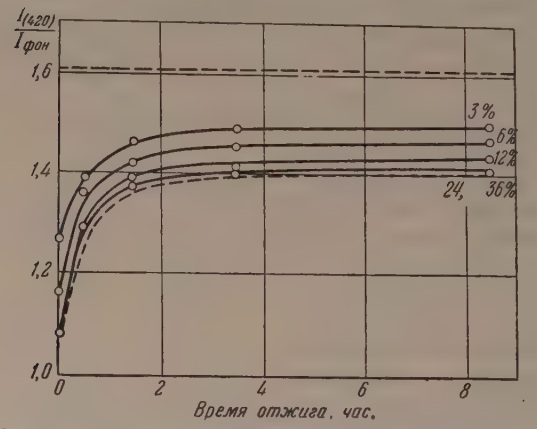


Рис. 5. Зависимость отношения интенсивностей $I_{(420)} / I_{фон}$ от времени при температуре отжига 150° для различных степеней деформации образцов латуни ЛС59-1

Для полного снятия искажений атомной решетки необходимо произвести отжиг при температуре 250°.

При температуре отжига 300° отчетливо наблюдается процесс рекристаллизации пластически деформированной латуни, который охватывает образцы, деформированные при всех примененных нами степенях деформации.

Алюминий. Нагрев образцов алюминия был начат с 50°. Выдержка образцов при данной температуре в течение 127 час привела к снятию кристаллитных искажений лишь на 25%. Никакого изменения интенсив

ости линии (511) при данных условиях температурного воздействия бнаружено не было. Не нарушает элементарных искажений и от-иг при 100°, однако кристаллитные искажения при данной температуре нимаются заметно быстрее, чем при температуре нагрева 50°. Выдержка течение 40 мин при данной температуре снижает кристаллитные иска-ения на 47—50%. Отжиг при 130° в течение 25 час приводит к снятию ристаллитных искажений на 75—78%. При этой же температуре начи-ается снятие элементарных искажений, но в очень небольшой степени — пределах 10—15%.

Отжиг при температуре 190°в течение 1,5 час приводит к полному сня-ию кристаллитных искажений. Элементарные искажения при этих же словиях уменьшаются в среднем на 30—35%.

При температуре отжига 210° элементарные искажения оказываются нятыми на 52—55%.

Общий характер закономерностей, наблюдающийся в процессе отжига ри данной температуре, остается прежним, однако скорость изменения остояния атомной решетки пластически деформированного металла и еличина изменений остаточных искажений значительно больше, чем ля более низких температур. При отжиге при 250, 300 и 325° имеет мес-о чрезвычайно быстрое снятие кристаллитных искажений, а восстанов-ение атомной решетки происходит в первые же периоды нагрева.

При температуре отжига 250° величина элементарных искажений сос-авляет 73—75%. Начиная с температуры, равной 300°, наблюдается ре-ристаллизация пластически деформированных образцов алюминия.

Выводы

1. Под температурным воздействием процесс снятия искажений томной кристаллической решетки протекает неравномерно. Снятие кри-таллитных и элементарных искажений протекает наиболее интенсивно первые моменты этого воздействия. С течением времени процесс зату-ает, и оставшиеся искажения стабилизуются.

2. Характер снятия обоих видов искажений в значительной мере за-исит от степени искаженности атомной решетки: чем больше искаженность ешетки, тем с большей скоростью протекает процесс восстановления ре-шетки.

3. Для практических целей можно указать минимальные температуру время отжига, при которых может быть осуществлено восстановление томной решетки металла: для стали Ст. 40 это соответствует температуре 00° в течение 1 час 20 мин, для латуни — 250° в течение 2,5 час и для люминия — 350° в течение 1,5 час.

4. Для всех исследованных металлов процессу рекристаллизации пред-ествует полное снятие кристаллитных искажений и значительное сня-ие элементарных искажений.

5. Усовершенствованная нами методика нагрева образцов в вакууме озволяет помещать обжигаемые образцы в вакуумную печь при уста-овившейся температуре без нарушения вакуума.

Кафедра экспериментальной физики
Ленинградского
гос. педагогического института
им. А. И. Герцена

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

О. Г. КАРПИНСКИЙ и Б. М. ЛЕВИТСКИЙ

ОСТАТОЧНЫЕ НАПРЯЖЕНИЯ ПОСЛЕ ШЛИФОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ

Шлифование — сложный и мало изученный процесс резания. Исследование напряженного состояния поверхностного слоя может дать важные сведения для выяснения природы и построения теории процесса шлифования. Однако в настоящее время остаточные напряжения после шлифования изучены недостаточно. Это следует из большого разнообразия в результатах, полученных разными исследователями, и отсутствия единого мнения о природе остаточных напряжений.

Л. А. Тликман, В. А. Степанов и Т. П. Санфирова [1, 2] после шлифования стали Ст.20 и ЭЖ2 обнаружили в поверхностном слое растягивающие остаточные напряжения. Они считают, что основная причина возникновения остаточных напряжений после шлифования — высокий локальный нагрев поверхностного слоя. Дополнительное влияние на возникновение этих напряжений могут оказать объемные изменения, вызванные фазовыми превращениями.

Необходимо отметить, что подобное объяснение природы остаточных напряжений после шлифования является наиболее распространенным.

Растягивающие напряжения после шлифования наблюдались Алменом [3] в отожженной пружинной стали, а также Фришем и Томсеном [4] в малоуглеродистой стали SAE10 0.

Б. М. Ровинский [5] обнаружил растягивающие напряжения в алюминии и некоторых других металлах после шлифования вручную на шлифовальных бумагах. По его мнению, эти напряжения определяются характером пластической деформации — ее неоднородностью по глубине и направлению, но не температурными процессами.

Растягивающие напряжения в поверхностном слое обнаружены Летнером и Шнайдером [6] после шлифования марганцовистой инструментальной стали. Они утверждают, что остаточные напряжения нельзя считать обусловленными исключительно термическим действием и не учитывать механического фактора.

Настоящая работа посвящена количественному рентгенографическому исследованию влияния процесса шлифования на возникновение остаточных напряжений.

Изучение напряженного состояния проводилось в основном на армкожелезе, шлифованном водостойкой шлифовальной бумагой КЗ-100. Образцы шлифовались на специально сконструированном для этой цели станке. При помощи этого станка выполнялось как «направленное» шлифование, при котором следы на обработанной поверхности параллельны друг другу, так и «ненаправленное», при котором нет преимущественного направления шлифования. Скорость шлифования варьировалась в пределах $0{,}3 \div 42$ м мин$^{-1}$, поджим образцов к абразиву изменялся в пределах $1{,}3 \div 5{,}2$ кг см$^{-2}$. Шлифование при скоростях $200 \div 1400$ м мин$^{-1}$ осуществлялось на специальном приспособлении в виде круга диаметром 200 мм с укрепленной на нем шлифовальной бумагой.

Изменяя в указанных выше пределах скорость шлифования и величину поджима, можно проводить шлифование как без заметного нагрева образца (малые скорость шлифования и поджим), так и с нагревом его.

Кроме того, армко-железо шлифовалось на плоскошлифовальном станке кругом Э60СМ$_1$К.

Остаточные напряжения после шлифования определялись рентгенографически по методу обратной съемки на излучении Co-K_α с эталоном.

Для построения эпюры остаточных напряжений со шлифованной поверхности удалялись слои металла. Равномерное снятие слоев обеспечивалось электрополировкой в серно-фосфорно-хромовом электролите. Предварительно было установлено, что подобная электрополировка не приводит к возникновению дополнительных напряжений в поверхностном слое. Тощина удаленного слоя после электрополировки контролировалась на горизонтальном оптиметре Цейсса с точностью не ниже 1 μ.

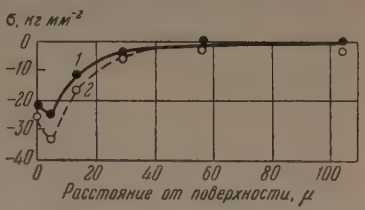


Рис. 1. Кривые распределения остаточных напряжений в поверхностном слое образца армко-железа после направленного шлифования на шлифовальной бумаге: *1* — вдоль направления шлифования, *2* — поперек направления шлифования

Все полученные нами рентгенограммы фотометрировались, и проводилось графическое разделение K_α-дублета по способу, описанному Рингером [7]. Подобная обработка, помимо определения полуширины дифракционных линий, необходимой для измерения напряжений II рода, позволяет точнее определить положение максимума для размытых линий и, следовательно, повысить точность измерения напряжений I рода.

После шлифования армко-железа на шлифовальных бумагах были обнаружены высокие сжимающие напряжения, которые распространяются на глубину порядка 30 μ. При шлифовании со скоростями 0,3÷÷42 м мин$^{-1}$ сумма главных напряжений на поверхности достигала 45 кг мм$^{-2}$. На рис. 1 приведены кривые распределения в поверхностных слоях образца остаточных напряжений после направленного шлифования со скоростью ,3 м мин$^{-1}$ и поджимом 1,3 кг см$^{-2}$.

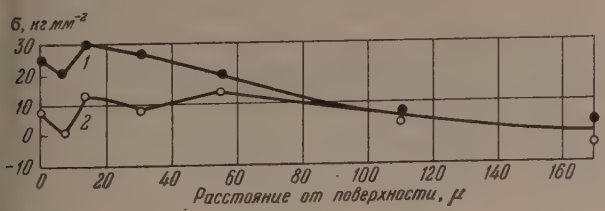


Рис. 3

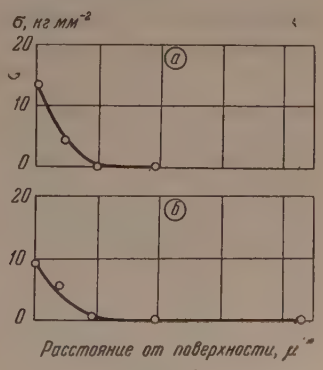


Рис. 2

Рис. 2. То же, что на рис. 1, но в случае шлифования образца на плоскошлифовальном станке кругом Э60СМ$_1$К

Рис. 3. Кривые распределения остаточных напряжений II рода в поверхностных слоях образца после шлифования армко-железа со скоростью: *а* — 5 м мин$^{-1}$, *б* — 650 м мин$^{-1}$

Увеличение скорости шлифования в пределах 200÷1400 м мин$^{-1}$ не изменило характера распределения остаточных напряжений, а привело лишь к уменьшению их абсолютной величины до 20 кг см$^{-2}$.

Эпюры остаточных напряжений после направленного и ненаправленного шлифования существенно не различаются.

После шлифования на шлифовальных бумагах технически чистого алюминия мы также наблюдали сжимающие напряжения.

В поверхностном слое армко-железа, шлифованного на плоскошлифовальном станке кругом Э60 СМ$_1$К при режиме: скорость круга (линей-

ная) 1800 м мин$^{-1}$, скорость стола 2 м мин$^{-1}$, поперечная подача 0,005 мм обнаружены значительные растягивающие напряжения (рис. 2). Эти напряжения распространяются на глубину порядка 150 μ. Остаточные напряжения вдоль и поперек направления шлифования заметно различаются по абсолютной величине. Из рис. 1 видно, что при шлифовании на бумаге также намечается подобное различие, однако в этом случае оно — порядка ошибки эксперимента.

Возникновение сжимающих напряжений после шлифования армко-железа и алюминия на шлифовальных бумагах не может быть объяснено высоким локальным нагревом поверхностного слоя, который, как известно, может привести только к растягивающим напряжениям. С другой стороны, при пластическом деформировании поверхностного слоя, вызванном высоким нагревом, не могло бы сохраниться различие в величине главных напряжений, обнаруженное в армко-железе после шлифования кругом Э60СМ$_1$К.

Эти два обстоятельства дают основание считать, что наблюдавшиеся нами остаточные напряжения, вызванные шлифованием, обусловлены в основном неоднородной пластической деформацией.

Результаты исследования остаточных напряжений II рода после шлифования армко-железа представлены на рис. 3. Остаточные напряжения II рода определялись по расширению линий на рентгенограммах, так как проведенный нами методом гармонического анализа [8] расчет показал, что это расширение в основном обусловлено напряжениями II рода. Напряжения II рода достигают максимального значения на поверхности образца и распространяются на глубину, несколько меньшую, чем напряжения I рода.

В заключение приносим благодарность Г. С. Жданову за советы и внимание к работе.

Московский
инженерно-физический институт

Цитированная литература

1. Гликман Л. А., Степанов В. А., ЖТФ, **16**, 791 (1946).
2. Гликман Л. А., Санфирова Т. П., Степанов В. А., ЖТФ, **19**, 441 (1949).
3. Almen J. Mech. Eng., **65**, *8*, 553 (1943).
4. Frisch J., Thomsen E. G. Trans. of the ASME, **78**, 337 (1951).
5. Ровинский Б. М., в Сб. «Вопросы машиноведения».—Изд. АН СССР, М.—Л., 1950.
6. Letner H. P., Snyder H. J., Trans. of the ASME, **75**, 873 (1953).
7. Rachinger N. A., J. Sci. Instr., **25**, 254 (1948).
8. Пинес Б. Я., Березняк Н. Г., ЖТФ, **24**, 329 (1954).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР
XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

Т. Х. ЧОРМОНОВ

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КАЧЕСТВА ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ, ОБРАБОТАННЫХ ПРИ СКОРОСТНОМ ТОЧЕНИИ

Как показал В. Д. Кузнецов [1], обработка металлов резанием представляет собой сложный процесс, при котором обрабатываемый материал проходит последовательно упругую и пластическую деформации. Но основное значение в этом сложном процессе имеет пластическая деформация.

Скоростное точение металлов вызывает существенные изменения различных физико-механических свойств обрабатываемых металлов.

Настоящая работа посвящена исследованию рентгенографическим методом влияния высокой скорости точения на качество поверхности металлов, обработанных при скоростном резании.

1. Материал и методика рентгенографирования образцов

В качестве материалов для исследования искажений II и III родов были выбраны образцы сталей 38ХМЮА и 2Х13, а также латуни ЛК80. В качестве переменных технологических факторов были выбраны скорость точения, подача и глубина резания металла. Исследование образцов проводилось при следующих режимах точения: скорость точения 220÷600 м мин$^{-1}$; подача инструмента $t = 0{,}1 \div 0{,}2$ мм об$^{-1}$; глубина резания $h = 2$ мм; главный угол в плане $\varphi = 60°$.

Рентгенографическое исследование искажений II и III родов у стали и латуни производилось в камере для обратной съемки КРОС в излучении Co-K_α (для стали) и Cu-K_α (для латуни).

При съемке рентгенограмм строго соблюдались постоянный режим работы трубки, постоянство расстояния от диафрагмы до образца и одинаковые условия обработки рентгенограмм. С каждого образца снималась рентгенограмма после точения, затем с образца электролитически стравливался пластически деформированный слой. Толщина снятого электролировкой слоя определялась с точностью до 2—3 μ при помощи оптического длиномера типа ИЗВ-1.

Наличие в образце искажений II рода и приводит к размытию интерференционных линий на рентгенограмме. Размытость интерференционных линий также может быть вызвана или малостью областей когерентного рассеяния рентгеновых лучей, или неоднородностью твердого раствора. Критерием величины искажений II рода служило размытие ширины интерференционной линии K_α-дублета на рентгенограмме. За критерий величины искажения III рода мы приняли ослабление отношения интегральной интенсивности интерференционной линии к интенсивности диффузного фона на рентгенограмме для стали $I_{(310)}/I_{\text{фон}}$, для латуни $I_{(420)}/I_{\text{фон}}$. Кроме того, величина искажений III рода у сталей 38ХМЮА и 2Х13 измерялась по величине отношения площадей микрофотометрических кривых,

соответствующих интерференционным линиям (310) и (220), а именно

$$\sigma_{III} = I_{(310)}/I_{(220)}.$$

Но первый способ оказался более чувствительным, чем обычный метод сравнения двух интенсивностей интерференционных линий.

2. Результаты эксперимента и их обсуждение

Измерение ширины интерференционных линий стали 38ХМЮА (кривая *1*) и 2Х13 (кривые *2* и *3*), а также латуни ЛК 80 (кривые *4* и *5*) от скорости точения изображены на рис. 1.

Рентгенографическое исследование указанных материалов показало, что с увеличением скорости точения в интервале скорости точения 220 ÷ 600 м мин$^{-1}$ при постоянстве других технологических факторов точения появляется тенденция к уменьшению размытия интерференционных линий стали (310) и латуни (420). Полученная кривая *5* на рис. для латуни по своему характеру близка к кривой *4* для того же материала. Отличи

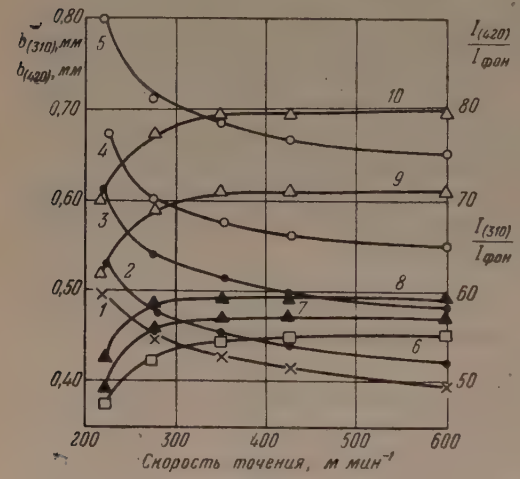


Рис. 1

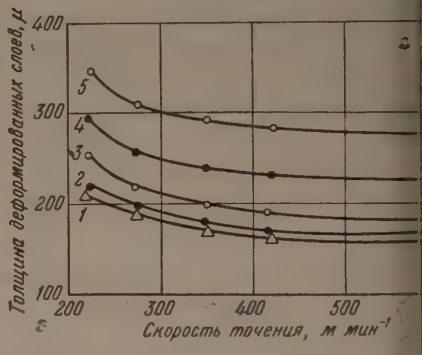


Рис. 2

Рис. 1. Зависимость ширины K_α-дублета (b) и относительной интенсивности ($I_{лин}/I_{фон}$) интерференционных линий (310) (для сталей 38ХМЮА и 2Х13) и (420) (для латуни ЛК 80) от скорости точения и величины подачи t: *1* и *6* — сталь 38ХМЮА; *2*, *3*, *7* и *8* — сталь 2Х13; *4*, *5*, *9* и *10* — латунь ЛК80; *1*, *2*, *3* — $b_{(310)}$; *4*, *5* — $b_{(420)}$; *6*, *7*, *8* — $I_{(310)}/I_{фон}$; *9*, *10* — $I_{(420)}/I_{фон}$ *2*, *4*, *8*, *10* — $t = 0{,}1$ мм об$^{-1}$; *3*, *5*, *7*, *9* — $t = 0{,}2$ мм об$^{-1}$

Рис. 2. Зависимость глубины распространения пластической деформации сталей 38ХМЮА и 2Х13 и латуни ЛК80 от скорости точения и величины подачи t: *1* — сталь 38ХМЮА, $t = 0{,}1$ мм об$^{-1}$; *2* — сталь 2Х13, $t = 0{,}1$ мм об$^{-1}$; *3* — латунь ЛК80, $t = 0{,}1$ мм об$^{-1}$; *4* — сталь 2Х13; $t = 0{,}2$ мм об$^{-1}$; *5* — латунь ЛК80, $t = 0{,}2$ мм об$^{-1}$

тельной особенностью кривой *5* по сравнению с кривой *4* является лишь несколько большее размытие линии K_α-дублета на рентгенограмме, вызванное, повидимому, увеличением вдвое скорости подачи. Уменьшение размытия линий при увеличении скорости точения стали и латуни, повидимому, объясняется процессом отдыха материалов, т. е. уменьшением искажений II рода в результате повышения температуры в участках позади резца.

На том же рис. 1 изображена зависимость относительной интенсивности интерференционных линий для стали 38ХМЮА (кривая *6*), стали 2Х13 (кривые *7*, *8*), а также латуни ЛК 80 (кривые *9*, *10*) от скорости точения. При минимальной, опробованной в работе скорости точения стали и латуни происходит значительное падение интенсивности интерферен

онных линий, что указывает на возникновение значительных искажений рода. При увеличении скорости резания тех же материалов интенсивность ний возрастает — искажения III рода уменьшаются При точении металлов деляется тепло, количество которого возрастает при увеличении ско-сти резания. Следовательно, в этом случае возникает своеобразный пловой отдых пластически деформированного металла, который при ско-стном точении его приводит к частичному снятию искажений как II, к и III рода.

При точении пластических металлов стали и латуни впереди резца и д резцом происходит пластическая деформация, которая распространяет-на некоторую глубину под обрабатываемой поверхностью. Из рис. 2 дно, что глубина распространения пластической деформации слоев али и латуни уменьшается при увеличении скорости резания с 220 до 0 м мин$^{-1}$. Установлено, что при увеличении подачи точения в два ва глубина распространения пластической деформации слоев воз-стает примерно на 35—45%.

Для исследования микротвердости материалов мы пользовались при-ром ПМТ-3. Изучена зависимость микротвердости стали 2Х13 и латуни Л80 от скорости точения. Результат измерения микротвердости этих териалов находится в соответствии с данными по исследованию искаже-й.

На основании рентгенографического исследования ширины и интенсив-сти интерференционных линий можно прийти к выводу, что высокая рость точения, а также подача и глубина резания влияют на атомно-кри-аллическую структуру поверхностных слоев стали и латуни.

Казахский
горно-металлургический институт

Цитированная литература

Кузнецов В. Д., Физика твердого тела, т. III.— Томск, 1944.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 195

Е. О. ШВАЙКОВСКАЯ

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ИСКАЖЕНИЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ МИНЕРАЛЬНЫХ ВОЛОКОН

Искажения правильной кристаллической структуры и связанное этим увеличение внутренней энергии деформированного кристалла приводят к изменениям свойств кристалла. Так, например, в деформированном кристалле наблюдается повышение сопротивления деформации (упрочнение), повышение сопротивления коррозии, повышение скорости фазовых превращений и т. п.

В настоящей работе исследовалось влияние скорости деформирования на пластическую деформацию.

В качестве испытуемого материала мы взяли минеральные волокна асбеста. Такой выбор был сделан по той причине, что эти волокна приближаются по своей структуре к одномерной цепочке.

Волокнистые минералы, названные асбестами, дают рентгенограммы по характеру аналогичные рентгенограммам вращения, но получаемые без обычного вращения кристалла.

Так же как и в рентгенограммах вращения, получаемые от волокон отражения ложатся на хорошо известные слоевые линии. При деформировании образца указанная диффракционная картина меняется. Таким образом, полученные рентгенограммы могут служить характеристикой состояния волокон.

Экспериментальная часть

Рентгенографирование производилось в медном излучении по методу Лауэ рентгеновским аппаратом УРС-70; напряжение 25 kV, сила тока 18 mA; диафрагма коллиматора (диаметр) 1 мм. Расстояние от образца до пленки 4,5 см. Продолжительность экспозиции 5 час.

Предварительно снимались рентгенограммы с натуральных волокон, затем образцы подвергались деформации изгибом, а также ударным испытаниям.

Изгиб производился на трехгранной призме с различной скоростью быстро и медленно. Количественно скорость деформации не была установлена.

Удар производился при помощи гирь и маятника. Гири различного веса подвешивались на нитях на штативе, на подставке которого помещались образцы; затем нити поджигались и гири с высоты 20—30 см падали на образцы. Вес используемых гирь находился в пределах 1÷10 кг. Одна серия опытов производилась над образцами толщиной 0,5 мм, другая — над образцами толщиной 1 мм.

Удар при помощи маятника производился следующим образом: образец закреплялся зажимами на двух штативах, на нити подвешивался маятник, нить поджигалась, маятник падал на образец и производил удар. Образцы брались тех же размеров (0,5 и 1 мм). Деформированные образцы рентгенографировались.

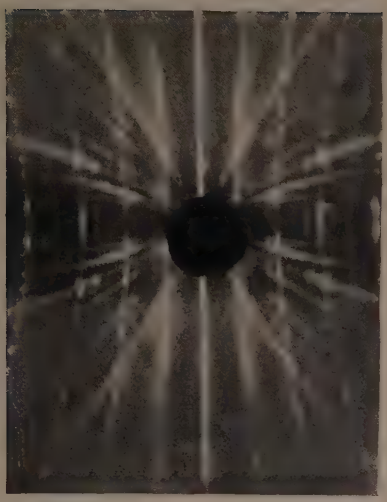


Рис. 1. Рентгенограмма натурального волокна

Рис. 2. Рентгенограмма быстро деформированного образца (деформация при изгибе)

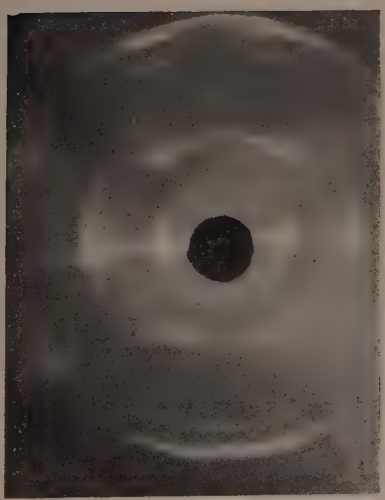


Рис. 3. Рентгенограмма медленно деформированного образца (при изгибе)

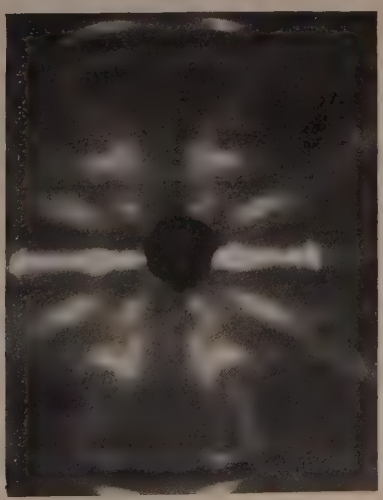


Рис. 4. Рентгенограмма образца после ударных испытаний

На рис. 1 представлена рентгенограмма натурального волокна, на с. 2 — рентгенограмма, снятая с образца, быстро деформированного гибом. Как видно из этих двух рентгенограмм, при таком виде деформа- и структура мало изменилась. При медленной деформации изгибом руктура претерпевает значительные изменения (рис. 3); на рентгено- амме заметно появление дебаевских колец. На рис.4 представлен разец, деформированный ударом.

Ударные испытания подтвердили результаты, полученные при дефор- ции изгибом. Снятые после ударных испытаний для целого ряда об- зцов рентгенограммы были, за исключением незначительных измене- й, сходны с рентгенограммами, полученными с быстро деформирован- х образцов (изгибом).

Таким образом, опытами было установлено, что структура деформи- ванного минерального волокна (асбеста) зависит от скорости деформи- вания образцов: кристаллическая структура оказалась наиболее раз- шенной в том случае, когда деформация протекала медленно; при быст- м деформировании образцов искажения были ничтожны.

Из всего изложенного следует сделать вывод, что в искажении крис- плической решетки играют роль не столько приложенные усилия, олько время их действия, иначе говоря, импульс силы.

Институт механической обработки

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 195

Н. Н. ЖУРАВЛЕВ и Г. С. ЖДАНОВ

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СОЕДИНЕНИЙ В СИСТЕМАХ Bi—Rh и Bi—Pd В СВЯЗИ С ИЗУЧЕНИЕМ СВЕРХПРОВОДИМОСТИ

При исследовании сверхпроводящих свойств сплавов висмута с ро дием и палладием было обнаружено, что в зависимости от термообрабо ки, которой подвергался образец, он может или иметь различные темпера туры перехода в сверхпроводящее состояние, или полностью терять спо собность к такому переходу. Компоненты этих сплавов сами не являются сверхпроводниками и, как было установлено, сверхпроводимость таки сплавов обусловлена интерметаллическими соединениями, образованным этими элементами [1—6]. Для выяснения причин, приводящих к измен нию температуры перехода в сверхпроводящее состояние ($T_к$) или к по тере способности к такому переходу при различных термообработка сплавов, весьма существенным является знание их фазового состава атомной кристаллической структуры фаз соответствующих соединени

Для решения поставленных задач было предпринято микроскопич ское и рентгенографическое исследование систем Bi—Rh и Bi—Pd.

Исследование системы Bi—Rh

Диаграмма Bi—Rh построена Е. Я. Роде [7] (рис. 1). Роде указыва на существование в системе трех соединений: BiRh, Bi_2Rh и Bi_4Rh.

Мы провели более углубленное рентгеновское исследование и микр скопическое изучение системы Bi—Rh [6, 8]. Это исследование подтве дило в основных чертах диаграмму Роде. Подтвердился также полимо физм соединений Bi_2Rh и Bi_4Rh, предположенный Роде.

Были выделены в изолированном виде кристаллы трех соединени BiRh, Bi_2Rh и Bi_4Rh, причем кристаллы соединений Bi_2Rh и Bi_4Rh в н скольких модификациях. Для всех изолированных кристаллов были о ределены некоторые физические свойства: плотность, микротвердост габитус, температура перехода в сверхпроводящее состояние, а так некоторые данные об атомной кристаллической структуре. Эти данн приведены в табл. 1.

Таблица 1

Кристаллическая структура и свойства соединений в системе Bi—Rh

Соединение	$T_к$, °K	Плотность		Средн. микротвердость, кг мм$^{-2}$	Сингония	Параметры кристаллической решетки				
		$\sigma_п$	σ_X			a, Å	b, Å	c, Å	β	
α-Bi_4Rh	—	11,0	11,24	105	Кубическая	14,928	—	—	—	2
β-Bi_4Rh	3,2	10,7	—	65	Ромбическая	11,4	4,25	9,0	—	
γ-Bi_4Rh	2,7	10,7	—	40	Гексагональная	—	—	—	—	
α-Bi_2Rh	—	12,2	12	230	Ромбическая	5,9	6,8	7,2	—	
β-Bi_2Rh	—	11,4	11,6	45	Моноклинная	16,2	7,0	10,5	92°30′	1
BiRh	2,06	12,5	12,65	410	Гексагональная	4,09	—	5,66	—	

Соединение BiRh кристаллизуется в гексагональной сингонии и переходит в сверхпроводящее состояние при $T_к$=2,06°K. Сплавы же, отвечающие составу BiRh, обнаруживают колебание $T_к$ в интервале 2,06÷2°K [2]. Это колебание можно объяснить переменностью состава соединения [9].

Для соединения Bi_2Rh были получены в изолированном виде кристаллы двух модификаций — высокотемпературной и низкотемпературной. Кристаллы высокотемпературной модификации относятся к моноклинной сингонии и не переходят в сверхпроводящее состояние до 1,3° K; кристаллы низкотемпературной модификации относятся к ромбической сингонии и также не переходят в сверхпроводящее состояние до 1,3° K.

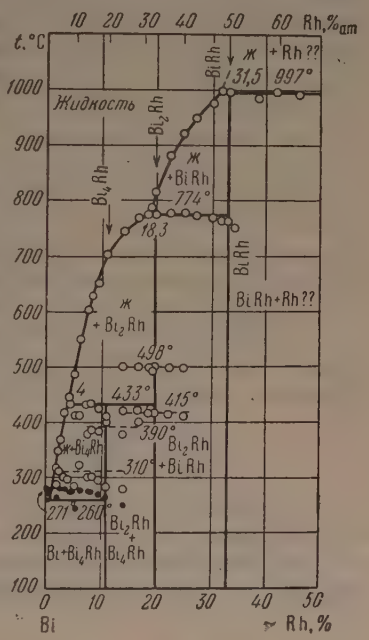


Рис. 1. Диаграмма состояния системы Bi — Rh

Сплавы же состава Bi_2Rh, медленно охлажденные, переходят в сверхпроводящее состояние при $T_к$= 3,2÷3,6° K; быстро охлажденные сплавы имеют три точки перехода 2,2, 2,9 и 3,4° K. Наличие у таких сплавов сверхпроводимости объяснялось присутствием в них сверхпроводящих кристаллов соединений Bi_4Rh и BiRh. Отожженные сплавы состава Bi_2Rh в сверхпроводящее состояние не переходят.

Для соединения Bi_4Rh были получены в изолированном виде кристаллы трех модификаций α, β и γ. Кристаллы высокотемпературной γ-модификации относятся к гексагональной сингонии, среднетемпературной β-модификации — к ромбической сингонии и низкотемпературной α-модификации — к кубической сингонии. Кристаллы β-Bi_4Rh не переходят в сверхпроводящее состояние вплоть до 0,1° K; кристаллы α-Bi_4Rh переходят в сверхпроводящее состояние при $T_к$= 3,2°K; кристаллы Bi_4Rh переходят в сверхпроводящее состояние при $T_к$= 2,7° K.

Сплавы состава Bi_4Rh ведут себя при низких температурах не стабильно. Отожженные сплавы не обладают сверхпроводящими свойствами. Для сплавов, термически различно обработанных $T_к$ изменяется [6]. Различие в температуре перехода сплава в сверхпроводящее состояние объясняется наличием той или другой модификации Bi_4Rh. Присутствие в сплаве двух сверхпроводящих модификаций дает две температуры перехода в сверхпроводящее состояние. Различие на несколько десятых градуса $T_к$ изолированных кристаллов и кристаллов соединения в сплаве можно объяснить напряжениями, возникающими в гетерогенном сплаве при кристаллизации.

Кроме упомянутых модификаций соединений: α-, β- и γ-Bi_4Rh и α- и β-Bi_2Rh, из сплава с 14% Rh были получены игольчатые кристаллы, по габитусу похожие на β-Bi_4Rh. Рентгеноструктурное исследование этих кристаллов показало *, что они также относятся к ромбической сингонии, как и β-Bi_4Rh, но обладают меньшей элементарной ячейкой с параметрами (в Å): $a = 7{,}59 \pm 0{,}01$, $b = 4{,}01 \pm 0{,}01$, $c = 5{,}53 \pm 0{,}01$. Очень малое количество полученных кристаллов не позволило определить ни их пикнометрической плотности, ни точного химического состава, ни их сверхпроводящих свойств.

* Кузьмин Р. И., Дипломная работа, МИФИ, 1955.

Положение точек температурных остановок на диаграмме состояни Bi—Rh (рис. 1) для сплавов в районе соединения Bi_2Rh, по нашем мнению, позволяет провести еще одну горизонтальную линию при те пературе ~415°. Эта линия отвечает еще одной температуре полимор ного превращения соединения Bi_2Rh, т. е. на диаграмме состояния п ритектическая линия при 433° и линия полиморфного превращения пр ~415° очень близки, и Роде их не разделил. Таким образом, соединен Bi_2Rh может кристаллизоваться в трех модификациях с температурам полиморфного превращения при 415 и 498°. Исследованные кристалл относятся к среднетемпературной модификации Bi_2Rh. Трудность пол чения кристаллов среднетемпературной модификации Bi_2Rh, пригодны для исследования, связана с особенностью образования этой модификаци

При остывании сплава в твердом состоянии переход из высокотемп ратурной модификации Bi_2Rh в среднетемпературную (около 500°) с провождается резким увеличением объема сплава, т. е. уменьшением пло ности. Плотность же низкотемпературной модификации Bi_2Rh больш чем высокотемпературной; поэтому получение хорошо образованны кристаллов среднетемпературной модификации во всем объеме спла при таком полиморфном превращении затруднительно.

Кристаллы среднетемпературной модификации Bi_2Rh равновесно формы образуются в раковинах сплава в виде очень тонких игл, т. е. условиях, когда объемный фактор не мешает их образованию.

Исследование системы Bi—Pd

В результате микроскопических и рентгенографических исследовани сплавов висмута с палладием, а также определения температуры плавл ния ряда сплавов была построена предварительная диаграмма плавкос системы Bi—Pd, приведенная на рис. 2.

Таблица 2

Кристаллическая структура и свойства соединений

Соединение	$T_к$, °К	Плотность		Средняя микротвердость, кг/мм²	Сингония	Размеры элементарной ячейки			
		$\sigma_п$	$\sigma_х$			a, Å	b, Å	c, Å	β
α-Bi_2Pd	1,7	11,5	11,58	170	Моноклинная	12,74	4,25	5,665	102°35′
β-Bi_2Pd	4,25	11,7	11,87	135	Тетрагональн.	3,362	—	12,983	—
BiPd	3,7	12,5	12,54	200	Ромбическая	7,203	8,707	10,662	—

В системе Bi—Pd возможна кристаллизация следующих соединений твердых растворов:

а) Bi_2Pd плавится с разложением при 500° и образует с висмутс эвтектическую смесь; может существовать в двух модификациях с те пературой фазового перехода около 200°;

б) BiPd отвечает максимуму на диаграмме плавкости, плавится пр ~ 650° и дает эвтектическую смесь с γ-фазой (см. ниже); может растворя небольшое количество висмута;

в) $BiPd_3$ (β-фаза) плавится при ~ 950°, с избытком висмута образу твердый раствор (в небольших пределах) и претерпевает полиморфн превращение;

г) в области концентраций, лежащей между соединениями BiPd $BiPd_3$, существует γ-фаза, претерпевающая эвтектоидный распад на Bi

$BiPd_3$ (β-фазу); температура эвтектоидного распада γ-фазы лежит в нтервале 250÷400°;

д) в твердом состоянии палладий способен растворять приблизительно 28% висмута.

Так же как и для соединений висмута с родием были исследованы екоторые физические свойства соединений висмута с палладием (табл.2).

Соединение Bi_2Pd может существовать в двух модификациях — низ-отемпературной (α) и высокотемпературной (β) [10]. Низкотемператур-ая модификация Bi_2Pd была получена в виде игл с сечением в виде па-аллелограмма и в виде стержня ϕ 1—3 мм в кварцевом капилляре. Она ристаллизуется в моноклин-ой сингонии [10], 11) и пере-одит в сверхпроводящее состо-ние при $T_к$= 1,7° K.

Высокотемпературная моди-икация Bi_2Pd была получена кварцевом капилляре путем акалки сплава состава Bi_2Pd в жидкого состояния в воду t = 18÷25°. Она кристалли-уется в тетрагональной син-онии [10] и переходит в сверх-роводящее состояние при $_к$= 4,25° K.

Кристаллы BiPd были полу-ены выращиванием в кварце-ом капилляре. BiPd кристал-изуется в ромбической син-онии [10, 12]. Структура BiPd е имеет центра симметрии. iPd переходит в сверхпроводя-ее состояние при T = 3,7° K.

γ-Фаза и $BiPd_3$ не являются верхпроводниками.

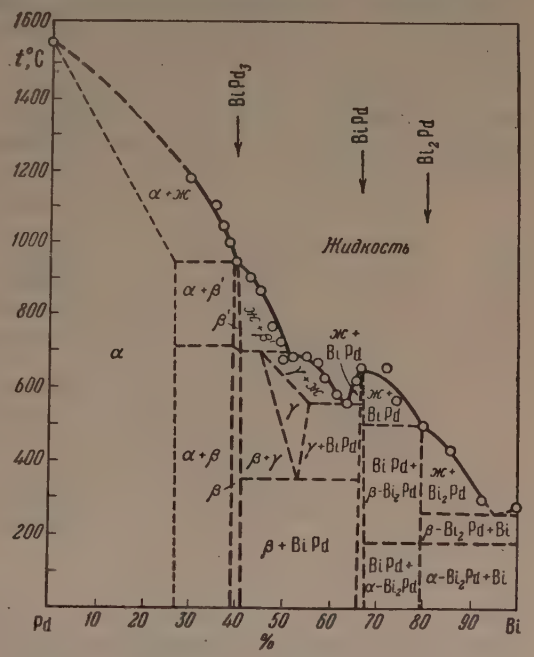


Рис. 2. Диаграмма состояния системы Bi — Pd

Если закаленный образец Bi_2Pd, переходящий в сверх-роводящее состояние при $T_к$=4,25° K, отжечь, то после отжига переход в верхпроводящее состояние будет происходить лишь при 1,7° K, что соот-етствует $T_к$ моноклинной α-модификации. Если образец, подвергавшийся тжигу, переплавить и вновь закалить, то сверхпроводимость вновь по-вляется при 4,25° K. Таким образом, образцы Bi_2Pd ведут себя подобно i_4Rh, с той лишь разницей, что после отжига образцы Bi_4Rh полностью трачивают сверхпроводимость, тогда как в случае Bi_2Pd отжиг лишь ущественно снижает температуру перехода в сверхпроводящее состояние. еобходимо отметить, что если закалка произведена недостаточно быст-о или если образец не полностью оттожжен, присутствие обеих фаз при-одит к тому, что уменьшение сопротивления начинается при 4° K и за-анчивается лишь при 1,7° K. Такое большое размытие кривой перехода ожно, вероятно, считать следствием больших напряжений, возникающих ри охлаждении двухфазной системы [5].

Сплавы состава BiPd переходят в сверхпроводящее состояние в интер-але температур 3,6÷3,9° K, что можно объяснить небольшой раствори-остью и напряжениями.

Сверхпроводимость сплавов, более богатых палладием, чем BiPd, ъясняется наличием в этих сплавах кристаллов BiPd, которые появляются ледствие эвтектоидного распада γ-фазы.

Наибольший интерес в этих системах представляют соединения Bi_4Rh Bi_2Pd. Наличие у этих соединений нескольких модификаций с различ-

ными температурами перехода в сверхпроводящее состояние представляю большой интерес для выяснения природы сверхпроводимости.

Соединение Bi_4Rh имеет три монотронные модификации: γ-, β- и α- Полиморфные превращения $\gamma \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ проходят только при условии охлаж дения сплава из жидкого состояния. Превращений в обратном порядк наблюдать не удалось, т. е. кристаллы α-Bi_4Rh при продолжительно нагревании сохраняют свою кристаллическую форму вплоть до темпера туры инконгруэнтного плавления. Две метастабильные модификации β- и γ-Bi_4Rh являются сверхпроводящими, а α-Bi_4Rh не является сверх проводником до сверхнизких температур [4].

Полностью расшифрована только атомная кристаллическая структур α-Bi_4Rh [13], что не позволяет провести сравнение кристаллически структур этих модификаций.

В этом отношении более удачным является соединение Bi_2Pd, которо имеет две модификации с различными $T_к$. Сравнивая минимальные меж атомные расстояния у двух модификаций Bi_2Pd (табл. 3), можно отме

Таблица 3

Межатомные расстояния и $T_к$ соединения Bi_2Pd

Соединение	$T_к$, °K	Межатомное расстояние, Å		
		Bi—Bi	Bi—Pd	Pd—Pd
α—Bi_2Pd	1,7	3,29	2,78	2,78
β—Bi_2Pd	4,25	3,36	2,97	3,36

тить, что у β-Bi_2Pd по сравнению с α-Bi_2Pd наблюдается увеличение меж атомных расстояний, а вместе с этим и увеличение $T_к$ — с 1,7 до 4,25° К

В заключение можно сказать, что на примерах бинарных сплавов ви мута с родием и палладием впервые показана связь полиморфных превра щений бинарных соединений с изменением температуры перехода в сверх проводящее состояние. Появление, исчезновение и изменение сверхпрово дящих свойств связано с изменением атомной кристаллической структур соединения.

Данная работа позволила также внести ясность в сложный фазовы состав сверхпроводящих сплавов, что в свою очередь позволило объя нить поведение термически различно обработанных сплавов при низки температурах и установить наличие сверхпроводящих свойств у разли ных полиморфных модификаций исследованных соединений.

Физический факультет
Московского гос. университета
им. М. В. Ломоносова

Цитированная литература

1. Алексеевский Н. Е., Брандт Н. Б., Костина Т. И., ЖЭТФ, 2 951 (1951).
2. Алексеевский Н. Е., Брандт Н. Б., Костина Т. И., Изв. А СССР, Серия физич., 16, 233 (1952).
3. Алексеевский Н. Е., ЖЭТФ, 23, 484 (1952).
4. Алексеевский Н. Е., Гайдуков Ю. П., ЖЭТФ, 25, 383 (1953).
5. Алексеевский Н. Е., Журавлев Н. Н., Лифанов И. И., ЖЭТФ, 27, 125 (1954).

6. Алексеевский Н. Е., Жданов Г. С., Журавлев Н. Н., ЖЭТФ, 28, 237 (1955).
7. Роде Е. Я., Изв. Института платины, 7, 21 (1929).
8. Журавлев Н. Н., Жданов Г. С., ЖЭТФ, 28, 228 (1955).
9. Глаголева В. П., Жданов Г. С., ЖЭТФ, 25, 248 (1953).
10. Журавлев Н. Н., Жданов Г. С., ЖЭТФ, 25, 486 (1953).
11. Зевин Л. С., Жданов Г. С., Журавлев Н. Н., ЖЭТФ, 25, 751 (1953).
12. Хейкер Д. М., Жданов Г. С., Журавлев Н. Н., ЖЭТФ, 25, 621 (1953).
13. Глаголева В. П., Жданов Г. С., ЖЭТФ, 30, 248 (1956).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XX, № 6 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1956

В. Н. ЩЕРБАКОВ

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВТОРИЧНОЙ СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛИТОВ РЕКРИСТАЛЛИЗОВАННЫХ МЕТАЛЛОВ

Введение

Основная цель, которую мы преследовали при выполнении настоящего исследования, заключалась в выяснении следующих вопросов:

1) существуют или не существуют вторичные нарушения (мозаичная расстройка) первичной атомной структуры кристаллитов поликристаллических материалов;

2) если вторичные нарушения первичной атомной структуры кристаллитов имеют место, то в какой мере они выражены и как будет изменяться степень их проявления в зависимости: а) от вида и процентного содержания вносимых примесей и б) от постепенного протекания такого вида термообработки, как рекристаллизация;

3) каким образом вторичные нарушения в строении кристаллитов и их изменения будут сказываться на изменении ширины как отдельных интерференционных пятен, являющихся результатом рассеяния рентгеновых лучей отдельными кристаллитами, так и в целом интерференционных линий.

Режимы термообработки избирались нами так, чтобы можно было проследить процесс целиком от начала рекристаллизации обработки до завершения, в основном собирательной, рекристаллизации.

Для исследований была использована разработанная и предложенная нами в 1950 г. специальная рентгенографическая методика [1].

1. Описание выполненных экспериментов и основные результаты исследований

Исследовались технически чистый алюминий двух марок (Al I и Al II), технически чистая медь и α-латунь. Данные о содержании примесей в исследованных материалах приведены в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав исследованных образцов алюминия, меди и α-латуни

Исследуемые материалы	Химический состав, %									
	Fe	Zn	Bi	Pb	Si	Cu	Mg	Mn	Ni	Al
Al I	Следы	—	—	—	0,07	Следы				Все остальное
Al II	0,42	—	—	—	0,28					
Cu	Следы	—	0,02	0,01	—	Все остальное	—	—	—	—
CuZn	0,088	38,062	Следы		—	61,85	—	—	—	—

Из каждого материала было изготовлено по пяти образцов в форме плоскопараллельных пластинок размером (0,05÷0,1)×(5÷8)×(12÷17) мм

ля окончательной подготовки образцов использовался рекристал-изационный отжиг, которому предшествовала механическая дефор-ация (прокатка) с обжатием около 90%. Протекание процесса рекристал-изации от начала до завершения этапа рекристаллизации обработки от начала до полного развития этапа собирательной рекристаллизации онтролировалось через подсчет числа интерференционных пятен на со-ответствующих интерференционных кольцах, полученных с исследованных бразцов серий дебаеграмм (под «серией дебаеграмм» здесь и в дальнейшем онимаются три дебаевских снимка, полученных с одного места од-ого и того же образца с сохранением неизменными всех других условий ентгеносъемок, но при трех различных расстояниях кассеты с рентге-овской пленкой от образца). Данные о термической обработке образцов, одвергнутых предварительной прокатке до 90%, а также результаты одсчетов интерференционных пятен систематизированы в табл. 2.

Таблица 2

Данные о термической обработке исследованных образцов алюминия, меди и α-латуни и количестве пятен на интерференционных кольцах $(111)_\beta$, $(111)_\alpha$ и $(002)_\alpha$ серий дебаеграмм, полученных с исследованных образцов

Исследованные материалы	№ образца	Режимы обработки (рекристаллизационный отжиг)	Количество интерференционных пятен на дебаевских кольцах		
			$(111)_\beta$	$(111)_\alpha$	$(002)_\alpha$
1	2	3	4	5	6
Al I	1	350°, 20 сек	41	99	69
	2	350°, 40 сек	89	163	121
	3	350°, 1 мин	142	223	154
	4	450°, 1 час	53	79	57
	5	450°, 36 час	23	37	26
Al II	1	300°, 2 мин	86	127	89
	2	300°, 10 мин	192	293	209
	3	300°, 1 час	256	363	282
	4	450°, 12 час	151	229	162
	5	450°, 36 час	49	87	61
Медь	1	270°, 20 сек	19	37	29
	2	270°, 5 мин	53	78	59
	3	270°, 25 мин	71	104	81
	4	270°, 5 час	49	68	51
	5	270°, 48 час	34	47	35
α-Латунь	1	400°, 20 сек	63	94	71
	2	400°, 10 мин	179	276	207
	3	400°, 1 час	317	647	479
	4	400°, 10 час	189	371	271
	5	400°, 48 час	127	242	179

Как видно из табл. 2, образцами № 1, 2 и 3 представлено начало, раз-итие и завершение процесса рекристаллизации обработки, а образцами 4 и 5 — начало и развитие процесса собирательной рекристаллизации.

Съемки производились на излучении разборной ионной трубки с мед-ым анодом, при диаметре фокусного пятна около 7—8 мм. Камеры для ъемки представляли собой оптическую скамью, на которой были смон-ированы держатели, несущие коллиматор с диафрагмами, образец и кас-ту.

Примененная в излагаемых исследованиях рентгенографическая ме-дика определения углового разброса блоков мозаики в отдельных крис-

таллитах образцов алюминия, меди и α-латуни основывается на исслед
довании угловой расходимости интерференционных рентгеновских пучко
рассеиваемых этими кристаллитами. Практически же работа сводилас
к исследованию изменений поперечных размеров одних и тех же интерф
ренционных пятен на трех дебаеграммах каждой данной серии снимко

При исследовании принималось во внимание влияние следующих фа
торов на расширение отдельных интерференционных пятен:

1) геометрические условия съемки;

2) характер взаимного расположения блоков вторичной структуры
пределах каждого отдельного кристаллита, т. е. собственно мозаичног
(вторичного) строения кристаллитов;

3) эффект малости размеров мозаичных блоков (эффект Шеррера);

4) возможные остаточные напряжения II рода в пределах каждог
отдельного кристаллита;

5) возможная неоднородность концентрации примесей как в образца
не очень чистых металлов, так и, особенно, в образцах сплавов;

6) естественная ширина рентгеновских спектральных линий (здесь –
интерференционных пятен);

7) для интерференционных пятен, обусловленных $K_{\alpha_1\alpha_2}$- излучением, –
степень расщепления дублета.

Для устранения влияния на ширину пятен и интерференционных ли
ний второго слоя фотоэмульсии пленки он удалялся во время фотообра
ботки пленки.

При работе с интерференционными пятнами и линиями, обусловленны
ми K_α-излучением, для учета влияния на ширину пятен и линий расщеп
ления $K_{\alpha_1\alpha_2}$-дублета по формулам:
для отдельных пятен

$$\Delta r = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} \cdot \frac{\operatorname{tg}\theta}{\cos^2 2\theta} D, \qquad (1$$

для интерференционных линий

$$\Delta r' = 2\,\frac{\Delta\lambda}{\lambda} \cdot \frac{\operatorname{tg}\theta}{\cos^2 2\theta} D \qquad (2$$

рассчитывались и вводились необходимые поправки (D — диамет
камеры).

Поправка на геометрические условия вводилась путем так называемо
го эталонирования съемки. За эталонный образец принимался из
мельченный в порошок алмаз. Аналитическая форма данной поправк
устанавливалась особо для каждого исследования в соответствии с ра
нее [2—4] разработанной методикой.

Отдельного учета влияния естественной ширины интерференционны
пятен не производилось, поскольку влияние этого фактора фактическ
было уже принято во внимание при общем учете влияний геометрически
условий рентгеносъемок.

Анализ влияния остальных факторов мы даем при обсуждении резул
татов экспериментов.

Результаты экспериментов даются (табл. 3) через усредненные сначал
по интерференционным кольцам $(111)_\beta$, $(111)_\alpha$ и $(002)_\alpha$ значения угло
рассеяния $\delta_{(hkl)}$ интерференционных рентгеновских пучков отдельным
кристаллитами исследованных образцов алмаза, алюминия, меди и α-ла
туни; затем приводятся общеусредненные для каждого исследованног
образца значения углов δ. Эти общеусредненные значения углов δ был
получены таким образом.

На интерференционных кольцах $(111)_\beta$, $(111)_\alpha$ и $(002)_\alpha$ каждой сери
снимков, полученных с соответствующего образца, фиксировалось п
30—40 наиболее типичных пятен. После промеров поперечных размеро
пятен рассчитывались значения углов рассеяния отдельными кристалли
тами интерференционных пучков δ_i. Далее, по отношению к этим значе

иям углов δ_i учитывались поправки на расщепление дублета и на ометрические условия съемки. После этого для каждого данного образ- находились общеусредненные значения углов $\delta_{(hkl)}$ по интерферен- ионным кольцам $(111)_\beta$, $(111)_\alpha$ и $(002)_\alpha$. Наконец, по этим значениям глов $\delta_{(hkl)}$ находились общеусредненные значения углов δ для каж- ого из исследованных образцов алмаза, алюминия, меди и α-латуни.

2. Обсуждение полученных экспериментальных данных

Необходимо было установить, какими из четырех еще не рассмотрен- ых влияющих факторов (по приведенному выше перечислению это бу- т факторы: второй, третий, четвертый и пятый) обусловлено установлен- е нами (табл. 3) угловое рассеяние рентгеновых лучей кристаллитами

Таблица 3

Усредненные значения углов рассеяния интерференционных рентгеновских пучков кристаллитами исследованных образцов алмаза, алюминия, меди и α-латуни (после учета влияний расщепления дублета $Cu\text{-}K_{\alpha_1, \alpha_2}$-излучения и геометрических условий рентгеносъемок)

Исследованные материалы	№ образца	Усредненные значения углов рассеяния интерференционных рентгеновских пучков			
		$\delta_{(111)_\beta}$	$\delta_{(111)_\alpha}$	$\delta_{(002)_\alpha}$	$\delta_{усредн}$
1	2	3	4	5	6
Алмаз	1	1′,65	1′,75	—	1′,70
Al I	1	1′,55	1′,75	—	1′,65
	1	4′,3	4′,7	—	4′,5
	2	4′,9	5′,5	—	5′,2
	3	5′,0	5′,8	—	5′,4
	4	6′,0	7′,1	—	6′,55
	5	6′,6	8′,0	—	7′,3
Al II	1	5′,1	5′,7	—	5′,4
	2	5′,2	5′,8	—	5′,5
	3	5′,3	5′,9	—	5′,6
	4	5′,8	6′,8	—	6′,3
	5	6′,4	7′,6	—	7′,0
Медь	1	4′,1	4′,5	—	4′,3
	2	4′,4	4′,9	—	4′,65
	3	4′,7	5′,4	—	5′,05
	4	5′,6	6′,5	—	6′,05
	5	6′,4	7′,7	—	7′,05
α-Латунь	1	9′,5	10′,7	11′,3	10′,5
	2	9′,2	10′,3	11′,0	10′,2
	3	7′,55	8′,45	9′,55	8′,52
	4	5′,6	6′,4	7′,75	6′,58
	5	4′,2	5′,0	6′,2	5′,13

следуемых образцов. Известно, что угловой разброс интерференционных нтгеновских пучков, рассеиваемых отдельными кристаллитами вслед- вие малости линейных размеров блоков вторичной структуры кристал- тов (эффект Шеррера), пропорционален секансу углов скольжения θ, сда как угловое рассеяние вследствие возможного наличия остаточных утренних напряжений II рода или вследствие неоднородности концен- ации примесей пропорционально тангенсу θ.

Таблица 4

Значения тангенсов и секансов углов скольжения и их отношений для интерференционных колец $(111)_\beta$, $(111)_\alpha$ и $(002)_\alpha$ дебаеграмм алмаза, алюминия, меди и α-латуни

Исследованные материалы	Значения углов скольжения			Значения tg θ и их отношения					Значения sec θ и их отношения				
	$\theta_{(111)_\beta}$	$\theta_{(111)_\alpha}$	$\theta_{(002)_\alpha}$	$\operatorname{tg}\theta_{(111)_\beta}$	$\operatorname{tg}\theta_{(111)_\alpha}$	$\operatorname{tg}\theta_{(002)_\alpha}$	$\frac{\operatorname{tg}\theta_{(111)_\alpha}}{\operatorname{tg}\theta_{1(111)_\beta}}$	$\frac{\operatorname{tg}\theta_{(002)_\alpha}}{\operatorname{tg}\theta_{(111)_\alpha}}$	$\sec\theta_{(111)_\beta}$	$\sec\theta_{(111)_\alpha}$	$\sec\theta_{(002)_\alpha}$	$\frac{\lambda_\alpha \sec\theta_{(111)_\alpha}}{\lambda_\beta \sec\theta_{(111)_\beta}}$	$\frac{\sec\theta_{(002)_\alpha}}{\sec\theta_{(111)_\alpha}}$
Алмаз	19°45′	22°	—	0,359	0,404	—	1,13	—	1,063	1,079	—	1,13	—
Алюминий	17°20′	19°15′	—	0,312	0,349	—	1,12	—	1,048	1,060	—	1,12	—
Медь	19°30′	21°45′	25°30′	0,354	0,399	0,477	1,13	1,20	1,061	1,077	1,108	1,13	1,03
α-Латунь	19°	21°	24°30′	0,344	0,384	0,456	1,12	1,19	1,058	1,071	1,099	1,12	1,03

Принимая во внимание эти общеи вестные положения, мы дальше посту пали следующим образом. С одной сто роны, находили значения секансов и тан генсов, а также значения их отношени для вульф-брэгговских углов θ интересу ющих нас интерференционных лини $(111)_\beta$, $(111)_\alpha$ и $(002)_\alpha$. Эти данные при ведены в табл. 4.

С другой стороны, мы находили зна чения отношений усредненных по интер ференционным кольцам $(111)_\beta$, $(111)_\alpha$ $(002)_\alpha$ величин углов рассеяния интерфе ренционных рентгеновских пучков кри сталлитами исследуемых образцов алма за, алюминия, меди и α-латуни. Они да ны в табл. 5.

Сопоставив полученные нами данны мы установили следующее:

1. Для образца-эталона (алмаза) сов падающие здесь значения отношений, одной стороны, $\frac{\operatorname{tg}\theta_{(111)_\alpha}}{\operatorname{tg}\theta_{(111)_\beta}}$ и $\frac{\alpha \sec\theta_{(111)_\alpha}}{\lambda_\beta \sec\theta_{(111)_\beta}}$ и, с другой, $\frac{\delta_{(111)_\alpha}}{\delta_{(111)_\beta}}$, подтверждают то что на дебаеграммах использованног образца алмаза расширение интерфе ренционных пятен обусловлено, повиди мому, комбинированными влияниям таких факторов, как возможные оста точные напряжения II рода, возможна неоднородность концентрации приме сей, и в какой-то мере, может быть малость линейных размеров блоков вто ричной структуры кристалликов алмаза Влияния этих факторов оказываются тог же порядка, что и влияния геометрич ских условий рентгеносъемок. Отсюд следует, что для снимков эталонного об разца принятая нами в качестве эффект геометрии съемки полная разница в по перечных размерах интерференционны пятен во всяком случае не является пре уменьшенной.

2. Для исследуемых образцов алюми ния, меди и α-латуни на разных этапа процесса рекристаллизации меняется до минирующее действие того или другог из четырех последних рассматриваемы факторов. Так, сопоставляя данные гра 8, 9, 13 и 14 табл. 4 и граф 3 и 4 табл. мы видим, что, несомненно, на стадия процесса рекристаллизации, представлен ных образцами № 1 и 2 Al I и мед № 1—3 Al II и α-латуни, доминирующим в явлении углового разброса интерфере

Таблица 5

Значения отношений усредненных по дебаевским кольцам $(111)_\beta$, $(111)_\alpha$ и $(002)_\alpha$ величин углов рассеяния интерференционных рентгеновских пучков кристаллитами исследуемых образцов алмаза, алюминия, меди и α-латуни

Исследуемые материалы	№ образца	Значения отношений $\frac{\delta_{(111)_\alpha}}{\delta_{(111)_\beta}}$	Значения отношений $\frac{\delta_{(002)_\alpha}}{\delta_{(111)_\alpha}}$	Исследуемые материалы	№ образца	Значения отношений $\frac{\delta_{(111)_\alpha}}{\delta_{(111)_\beta}}$	Значения отношений $\frac{\delta_{(002)_\alpha}}{\delta_{(111)_\alpha}}$
1	2	3	4	1	2	3	4
лмаз	1	1,13	—	Медь			—
					1	1,10	—
l I	1	1,09	—		2	1,11	—
	2	1,12	—		3	1,15	—
	3	1,16	—		4	1,16	—
	4	1,18	—		5	1,20	
	5	1,21	—	α-Латунь			1,05
	1	1,12	—		1	1,13	1.07
	2	1,12	—		2	1,12	1,13
l II	3	1,11	—		3	1,12	1,21
	4	1,17	—		4	1,14	1,24
	5	1,20	—		5	1,19	

ионных рентгеновских пучков факторами являются или остаточные напря-ения II рода (в не очень чистых образцах металлов и в сплавах также и озможная неоднородность концентрации примесей), или эффект Шеррера ю данным графы 4 табл. 5 для образцов α-латуни можно сказать еще более онкретно, т. е. что здесь для стадий процесса рекристаллизации, пред-авленных образцами № 1 и 2, доминирующим фактором, несомненно, вляется эффект Шеррера). Наоборот, для стадий процесса рекристал-изации, представленных образцами № 4 и 5 алюминия и меди и № 5 α-ла-уни, характерны более значительные изменения в угловом рассеянии нтерференционных рентгеновских пучков с изменением угла скольже-ия θ, нежели это следует для таких факторов, как эффект напряжений I рода и возможной неоднородности концентрации примесей. Следова-ельно, влияющим фактором здесь могут быть только существенно выра-енные вторичные нарушения (мозаика) в строении кристаллитов.

3. Для алюминия и меди нами установлено (графа 6 табл. 3), что с пос-епенным протеканием процесса рекристаллизации угловой разброс ин-рференционных рентгеновских пучков не остается постоянным, а пос-епенно возрастает (от значений 4′,5 для Al I, 5′,4 для Al II и 4′,3 для Cu у бразцов № 1 до значений 7′,3 для Al I, 7′,0 для Al II и 7′,05 для Cu у образ-ов № 5). Это явление, как нам представляется, и обусловлено отмечен-ыми выше изменениями влияний различных факторов на разных стадиях роцесса рекристаллизации. Так, в случае образцов алюминия и меди уже а начальных стадиях рекристаллизации обработки образующие кристал-иты блоки имеют достаточно большие линейные размеры, что и приводит отя и к проявляющемуся, но к незначительному доминированию здесь ффекта Шеррера над влияниями остальных факторов. С постепенным же альнейшим протеканием процесса рекристаллизации растут и кристал-иты и составляющие их блоки вторичной структуры, в результате чего же на стадии завершения процесса рекристаллизации обработки и соби-ательной рекристаллизации доминирующими и все более усиливающи-ися влияниями на угловой разброс рассеиваемых кристаллитами интер-ференционных пучков оказываются вторичные нарушения в строении ристаллитов (т. е. все более и более резко выражающееся мозаичное троение кристаллитов).

4. Для образцов α-латуни (графа 6 в табл. 3) мы отмечаем, что углово рассеяние интерференционных рентгеновских пучков кристаллитами твер дого раствора предельной концентрации меняется с постепенным проте канием процесса рекристаллизации. Но в отличие от всех до сих пор на ми рассмотренных случаев образцов технически чистых металлов ил металлов с небольшим количеством примесей, здесь (в случае твердог раствора предельной концентрации!) с протеканием процесса рекристал лизации угловой разброс интерференционных рентгеновских пучков н увеличивается, а уменьшается (от значения 10′,5 для образца № 1 д значения 5′,13 для образца № 5). Этому явлению, повидимому, може быть дано такое объяснение.

Как уже отмечалось выше, из сопоставления данных граф 3 и 4 табл. и граф 8, 9, 13 и 14 табл. 4 следует, что здесь для стадий процесса рекри сталлизации, представленных образцами № 1 и 2, из всех влияю щих на угловой разброс δ интерференционных рентгеновских пучко факторов явно доминирующим является эффект Шеррера. А это в сво очередь означает, что кристаллиты образцов № 1 и 2 α-латуни состоят и блоков достаточно малых линейных размеров. Эта малость линейных ра меров блоков мозаики и приводит к сильному угловому разбросу интер ференционных рентгеновских пучков на начальных стадиях процесс рекристаллизации. С последующим же дальнейшим протеканием процес са рекристаллизации от стадии, представленной образцом № 3, до стадий представленных образцами № 4 и 5, постепенно растут как кристаллиты так и составляющие их блоки. Это, в свою очередь, приводит, с одно стороны, к резкому ослаблению влияний диффракционного эффекта н угловое рассеяние интерференционных рентгеновских пучков, с друго стороны, к общему постепенному уменьшению углового разброса эти интерференционных рентгеновских пучков. Когда же на стадии процесс рекристаллизации, представленной образцом № 5, явно доминирующи фактором в угловом рассеянии интерференционных рентгеновских пучко становится мозаичная расстройка кристаллитов, мы и имеем наименьше значение углового разброса интерференционных пучков.

То обстоятельство, что для образца № 5 α-латуни усредненное зна чение угла δ оказывается несколько меньше по сравнению с аналогичны значением δ для образца № 5 меди, имеет вполне логическое объяснени на основании данных граф 5—7 табл. 2. Из этих данных следует, что есл на рентгенограммах образца № 5 меди соответственно имелось: на кольц $(111)_\beta$ 34 пятна, на кольце $(111)_\alpha$ — 47 и на кольце $(002)_\alpha$ — 35, то на рентгенограммах образца № 5 α-латуни было: на кольце $(111)_\beta$—127 пятен на кольце $(111)_\alpha$—242 и на кольце $(002)_\alpha$—179. А так как условия рентгеносъемок были одинаковы для тех и других образцов, то это означает, что кристаллиты образца № 5 α-латуни по сравнению с крис таллитами образца № 5 меди были значительно меньше, в связи с чем и имели несколько менее резко выраженную мозаичную расстройку

Горьковский исследовательский
физико-технический институт
Горьковского гос. университета

Цитированная литература

1. Щербаков В. Н., Канд. диссертация, Институт кристаллографии АН СССР 1950.
2. Jones F., Proc. Roy. Soc., A, 166, 16 (1938).
3. Курдюмов Г. и Лысак Л., ЖТФ, 17, 993 (1947).
4. Dehlinger U., Kochendorfer A., ZS. f. Kristallogr., 101, 134 (1939).

Материалы V Всесоюзного совещания по применению рентгеновых лучей к исследованию материалов

(Ленинград, 23—29 июня 1955 г.)

(Продолжение, начало см. № 6 за 1956 г.)